

24.12.2004

PA 1238419



THE UNITED STATES OF AMERICA

TO ALL TO WHOM THESE PRESENTS SHALL COME:

UNITED STATES DEPARTMENT OF COMMERCE

United States Patent and Trademark Office

October 20, 2004

THIS IS TO CERTIFY THAT ANNEXED HERETO IS A TRUE COPY FROM THE RECORDS OF THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE OF THOSE PAPERS OF THE BELOW IDENTIFIED PATENT APPLICATION THAT MET THE REQUIREMENTS TO BE GRANTED A FILING DATE UNDER 35 USC 111.

APPLICATION NUMBER: 60/533,250

FILING DATE: December 31, 2003

REC'D 20 JAN 2005

WIPO PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

By Authority of the
COMMISSIONER OF PATENTS AND TRADEMARKS



M. SIAS
Certifying Officer

PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT COVER SHEET

This is a request for filing a PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT under 37 CFR 1.53(c).

INVENTOR(S)

Given Name (first and middle [if any])	Family Name or Surname	Residence (City and either State or Foreign Country)	
Tomoyuki MAEDA		Ome	Japan
Soichi OIKAWA		Ome	Japan
Takeshi IWASAKI		Ome	Japan
Futoshi NAKAMURA		Ome	Japan

☒ Additional inventors are being named on the 1 separately numbered sheet(s) attached hereto**TITLE OF THE INVENTION (500 characters max)**

MAGNETIC RECORDING MEDIUM, PRODUCTION PROCESS THEREOF, AND MAGNETIC RECORDING AND REPRODUCING APPARATUS

CORRESPONDENCE ADDRESS

Direct all correspondence to the address for SUGHRUE MION, PLLC filed under the Customer Number listed below:

WASHINGTON OFFICE

23373

CUSTOMER NUMBER

ENCLOSED APPLICATION PARTS (check all that apply)

- Specification (Japanese language) ☒ Number of Pages twenty (20) ☐ CD(s), Number _____
- Drawing(s) ☒ Number of Sheets five (5) ☐ Other (specify) _____
- ☐ Application Data Sheet. See 37 CFR 1.76

METHOD OF PAYMENT OF FILING FEES FOR THIS PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT

- ☐ Applicant claims small entity status. See 37 CFR 1.27.
- ☒ A check or money order is enclosed to cover the Provisional filing fees. The USPTO is directed and authorized to charge all required fees, except for the Issue Fee and the Publication Fee, to Deposit Account No. 19-4880. Please also credit any overpayments to said Deposit Account.
- ☐ The USPTO is hereby authorized to charge the Provisional filing fees to our Deposit Account No. 19-4880. The USPTO is directed and authorized to charge all required fees, except for the Issue Fee and the Publication Fee, to Deposit Account No. 19-4880. Please also credit any overpayments to said Deposit Account.

FILING FEE
AMOUNT (\$)

\$160.00

The invention was made by an agency of the United States Government or under a contract with an agency of the United States Government.

- ☒ No.
- ☐ Yes, the name of the U.S. Government agency and the Government contract number are:

Respectfully submitted,

SIGNATURE

Sheldon I. Landsman / Bruce E. Kramer
Reg. No. 33,725DATE December 31, 2003TYPED or PRINTED NAME Sheldon I. LandsmanREGISTRATION NO. 25,430TELEPHONE NO. (202) 293-7060DOCKET NO. P79246**USE ONLY FOR FILING A PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT**

PROVISIONAL APPLICATION FOR PATENT COVER SHEET
Additional Page

Docket Number

P79246

INVENTOR(S)

Given Name (first and middle if any)	Family Name or Surname	Residence (City and either State or Foreign Country)	
Hiroshi SAKAI		Ichihara	Japan
Kenji SHIMIZU		Ichihara	Japan
Akira SAKAWAKI		Ichihara	Japan

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体、その製造方法、および磁気記録再生装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気記録技術を用いたハードディスク装置等に用いられる磁気記録媒体、その製造方法、及び磁気記録再生装置に関する。

【背景技術】

【0002】

コンピュータを中心に利用されている情報記録、再生を行う磁気記憶装置（HDD）は、その大容量、安価性、データアクセスの速さ、データ保持の信頼性などの理由により、近年徐々に応用の幅を広げ、家庭用ビデオデッキ、オーディオ機器、車載ナビゲーションシステムなど様々な分野で利用されている。HDDの利用の幅が広がるにつれ、その記憶容量の高密度化の要求も増し、近年HDDの高密度化開発はますます激しさを増している。

【0003】

現在、市販されている磁気記録再生装置には、面内磁気記録方式が利用されている。この方式では、情報を記録する磁気記録層を構成する磁性結晶粒子が、基板に対して平行方向にその磁化容易軸を持つ。ここで、磁化容易軸とは、磁化の方向が向きやすい軸のことであり、Co系合金の場合、Coのhcp構造のc軸のことを指す。面内磁気記録媒体では、記録密度を高めるため記録ビットを小さくすることに対応して、磁性層の磁化反転単位径が小さくなりすぎ、その情報が熱的に消去されるいわゆる熱ゆらぎ効果によって、記録再生特性が悪化する可能性がある。さらに、高密度化につれ、記録ビット間の境界領域で発生する反磁界の影響により媒体から発生するノイズが増大する傾向がある。

【0004】

これに対し、磁気記録層中の磁化容易軸が基板に対して、略垂直方向に配向した、いわゆる垂直磁気記録方式は、高密度化の際にも記録ビット間の反磁界の影響が少なく、また高密度化においても静磁的に安定である。このため、垂直磁気記録方式は、面内記録方式に変わる技術として、近年大きな注目を集めている。垂直磁気記録媒体は、一般に、基板と、磁気記録層を配向させるための配向制御下地層と、硬質磁性材料の磁気記録層と、磁気記録層の表面を保護する保護層から形成されている。さらに、基板と下地層との間に、記録時に磁気ヘッドから発生する磁束を集中させる役割を担う軟磁性裏打ち層が設けられ

ることもある。

【0005】

垂直磁気記録媒体においても、記録密度の高密度化には、熱安定性を保ちながら低ノイズ化を実現する必要がある。ノイズ低減法としては、記録層の磁性結晶粒子そのものの大きさを微細化する方法が一般に用いられている。現在、広く用いられているCoCr系磁性層を例にとると、TaやBを添加し、あるいは適当な温度で熱して粒界に非磁性Crを偏析させることによって、磁性粒子を微細化させている。しかし垂直磁気記録媒体では、Cr偏析による磁性粒子微細化が十分に達成できておらず、磁性結晶粒子間の空間的な分離も不完全なため、粒子間の磁氣的相互作用が十分低減できていない。これにより、記録ビット間の転移ノイズが十分低減できないという問題が起こっていた。

【0006】

この磁氣的相互作用を低減させる方策として、記録層にSiO₂を添加し、磁性結晶粒子がSiO₂添加物によって取り囲まれたグラニューラ構造を有する磁気記録層を形成する方法がある（例えば、特許文献1参照）。

また、記録層にTiO₂を添加し、磁性結晶粒子がTiO₂添加物によって取り囲まれたグラニューラ構造を有する磁気記録層を形成する方法もある（例えば、特許文献2参照）。

【特許文献1】 特開2002-83411号公報

【特許文献2】 特開2001-43526号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかし、SiO₂は、膜中における拡散速度が遅く、磁性結晶粒界へ十分に析出できないため、析出しきれないSiO₂の一部が磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成し、これにより磁性結晶粒子の結晶性や配向性が乱され、その結果、記録再生(R/W)特性における信号対ノイズ比(SNR)が低化するという問題があった。

またTiO₂は、熱安定性が高く、磁性結晶粒界へ十分に析出しないため、TiO₂の一部が磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成し、これにより磁性結晶粒子の結晶性や配向性が乱され、R/W特性におけるSNRが低化するという問題があった。

【0008】

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、磁性結晶粒子の結晶性や配向性を乱す

ことなく、磁性結晶粒子の粒径を微細化せしめ、良好なS/N特性を有し、高密度記録が可能な磁気記録媒体及びこれを用いた磁気記録装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記の目的を達成するために、本発明は以下の手段を提供する。即ち、

- (1) 基板と、該基板上に形成された少なくとも一層の下地層と、該下地層上に形成され、磁性結晶粒子及び該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層とを具備してなり、前記粒界領域は、Tiの酸化物を含み、前記磁気記録層中の該Tiの酸化物の物質量の割合が5モル%以上15モル%以下であり、かつ前記Tiの酸化物としてTiO及び/またはTi₂O₃が少なくとも含有されてなることを特徴とする磁気記録媒体。
- (2) 前記Tiの酸化物としてTiO₂が含まれ、該Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項1に記載の磁気記録媒体。
- (3) 前記磁性結晶粒子は、主成分としてCoを含有するとともにPt及びCrを含有し、かつ磁化容易軸が前記基板に対し垂直に配向されてなることを特徴とする前項1または前項2に記載の磁気記録媒体。
- (4) 前記下地層の少なくとも一層に、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子が含まれていることを特徴とする前項1ないし前項3のいずれかに記載の磁気記録媒体。
- (5) 前記下地層が、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、該非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とから構成され、該粒界領域は、Si、Cr、Tiの内より選択される少なくとも一種の元素の酸化物を含むことを特徴とする前項1ないし前項4のいずれかに記載の磁気記録媒体。
- (6) 前記下地層中の前記酸化物の物質量の割合が1モル%以上15モル%以下であることを特徴とする前項1ないし前項5のいずれかに記載の磁気記録媒体。
- (7) 前記下地層に含まれる前記酸化物がTiの酸化物であり、かつTiの酸化物としてTiO及び/またはTi₂O₃が少なくとも含有されていることを特徴とする前項1ないし前項6のいずれかに記載の磁気記録媒体。
- (8) 前記下地層に含まれる前記Tiの酸化物としてTiO₂が含まれ、該Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項1ないし前項7のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(9) 下地層が形成された基板を用意し、該下地層上に、磁性結晶粒子材料と、 TiO 及び/または Ti_2O_3 を含む材料とを蒸着することにより、磁性結晶粒子と、該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層を形成する工程を含むことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

(10) 前記磁気記録層中の粒界領域は、 Ti の酸化物を含み、該 Ti の酸化物の物質量の割合が、5モル%以上15モル%以下であることを特徴とする前項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(11) 前記磁気記録層に含まれる前記 Ti の酸化物として TiO_2 が含まれ、該 Ti の酸化物中の TiO_2 成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項9または前項10に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(12) 前記磁気記録層に含まれる前記磁性結晶粒子が、主成分として Co を含有するとともに Pt 及び Cr を含有し、かつ磁化容易軸が基板に対し垂直に配向していることを特徴とする前項9ないし前項11のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(13) 前記下地層の少なくとも一層が、 Ru 、 Rh 、 Pt 、 Pd の内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子を含むことを特徴とする前項9ないし前項12のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(14) 前記下地層の少なくとも一層が、 Ru 、 Rh 、 Pt 、 Pd の内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、該非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域から構成され、該粒界領域は、 Si 、 Cr 、 Ti の内より選択される少なくとも1種の元素の酸化物を含むことを特徴とする前項9ないし前項13のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(15) 前記下地層に含まれる前記酸化物の物質量の割合が1モル%以上15モル%以下であることを特徴とする前項9ないし前項14のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(16) 前記下地層に含まれる前記酸化物が Ti の酸化物であり、かつ Ti の酸化物として TiO 及び/または Ti_2O_3 を含有することを特徴とする前項9ないし15のいずれか1項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(17) 下地層に含まれる前記 Ti の酸化物として TiO_2 が含まれ、該 Ti の酸化物中の TiO_2 成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項9ないし前項16のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(18) 前項1ないし前項8のいずれかに記載の磁気記録媒体と記録再生ヘッドとを具備することを特徴とする磁気記録再生装置。

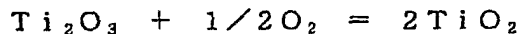
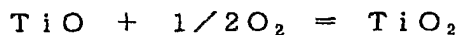
(19) 前記記録再生ヘッドが単磁極記録ヘッドであることを特徴とする前項18に記載の磁気記録再生装置。

【0010】

本発明においては、磁性結晶粒子の分断及び微細化のための添加物として、 TiO 及び/または Ti_2O_3 を採用する。

Ti の酸化物には、酸化数の低いものから順に TiO 、 Ti_2O_3 、 TiO_2 などの存在が知られているが、このうち酸化数4の TiO_2 が常温・大気下で最も熱力学的に安定な相であり、酸化数の小さい TiO や Ti_2O_3 は TiO_2 に比べて不安定な相である。従って、酸素が存在する雰囲気中では下記の化学反応式において、化学反応は右辺側に進行する。

【0011】



【0012】

このように、 TiO 及び/または Ti_2O_3 といった酸化数の小さい酸化物を、添加物として磁性結晶粒子材料と同時に蒸着に供すると、蒸着雰囲気中の残留酸素等の影響により、酸素を求めて粒界に析出し、粒界で TiO_2 が形成される。この効果により、 TiO や Ti_2O_3 の、磁性結晶粒界への拡散の駆動力が著しく増加する。従って TiO や Ti_2O_3 は、従来添加物として用いられてきた SiO_2 や TiO_2 といった熱力学的に安定な酸化物の場合と比較して高速で粒界に拡散し、 SiO_2 等のように磁性結晶粒子内に残留することなく磁性結晶粒子の粒界に十分析出する。このため、本発明によれば、磁性結晶粒子の分断及び微細化のための添加物として、 TiO や Ti_2O_3 を使用することにより、磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成することなく微細化されたグラニューラ構造を形成することができる。

【0013】

また、 TiO 及び/または Ti_2O_3 に加えて、 TiO_2 をも含めた磁性層中の Ti 酸化物の物質量の割合は、好ましくは5ないし15モル%、より好ましくは7ないし12モル%である。5モル%未満であるとR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れな

い傾向があるので好ましくなく、15モル%を超えると磁性結晶粒子の結晶軸配向に悪影響を及ぼし、R/W特性における再生出力が低下する傾向があるので好ましくない。

なお、磁性層中のTiの酸化物の物質量の割合は、例えば透過型電子顕微鏡を用いたエネルギー分散型X線分光分析法(TEM-EDX)や、X線光電子分光法(XPS)、オージェ電子分光法(AES)等で分析することができる。

【0014】

また、磁性層中の、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は、好ましくは90モル%以下、より好ましくは40モル%ないし60モル%である。前述のように、TiOやTi₂O₃は成膜中に酸化される傾向にあるため、蒸着材料としてはTiOやTi₂O₃を添加しているにも関わらず磁性層の粒界領域には結果としてTiO₂成分も相当量存在することになる。このTiO₂成分が90モル%を超えると、TiO₂のみを添加した場合に比べてR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れないので好ましくない。

なお、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は、例えばXPSやX線吸収広域連続微細構造(EXAFS)、X線吸収端近傍微細構造(XANES)等によって分析することができる。

【0015】

磁性結晶粒子材料として用いるCoPtCr系合金は、高い結晶磁気異方性エネルギーを有しているため熱揺らぎ耐性が高く、本発明の磁気記録媒体に用いて好適である。これらの合金系に、磁気特性を改善する目的で、必要に応じてTaやCu、Bといった添加元素を加えることもできる。より好ましくは、CoCrPt、CoCrPtB、CoCrPtTa、CoCrPtNd、CoCrPtCu等があげられる。

【0016】

磁気記録層は、必要に応じて二層以上の多層構造にしてもよい。その場合、少なくとも一層が上記のような層であればよい。

【0017】

磁気記録層の下地層として用いるRu、Rh、Pt、Pd、Ti、Irは、上記CoCrPt合金との格子整合性が高いので、磁気記録層の結晶配向性を向上させることができる。

【0018】

上記下地層は、必要に応じて2以上の層の積層にすることができる。

【0019】

上記下地層に酸化物を添加してグラニューラ構造とすることで、磁気記録媒体のR/W特性をさらに向上させることができる。添加する酸化物は上記のようにSi、Cr、Tiの酸化物が好ましく、特にTiO₂及び/またはTi₂O₃を含有するTiの酸化物を用いるとR/W特性をさらに向上させることができる。

【0020】

下地層への上記酸化物の添加量は、好ましくは1ないし15モル%、より好ましくは3%ないし10%である。1モル%未満ではR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15モル%を超えると磁気記録層の配向性が低下しR/W特性におけるSNRが低下する傾向がみられるので好ましくない。---

【0021】

下地層の、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は、90モル%以下であればR/W特性におけるSNR向上効果みられて好ましく、40モル%ないし60モル%であればSNR向上効果がさらに顕著であるためより好ましい。

【0022】

グラニューラ構造をもつ下地層は二層以上の多層でも良く、また、磁気記録層に直接接する層でなくても構わない。

【0023】

また、上記下地層と基板との間に、高透磁率な軟磁性層を設けることにより、軟磁性層上に垂直磁気記録層を有するいわゆる垂直二層媒体が構成される。この垂直二層媒体において、軟磁性層は、垂直磁気記録層を磁化するための磁気ヘッド例えば単磁極ヘッドからの記録磁界を、水平方向に通して、磁気ヘッド側へ還流させるという磁気ヘッドの機能の一部を担っており、磁界の記録層に急峻で充分な垂直磁界を印加させ、記録再生効率を向上させる役目を果たし得る。

【0024】

このような軟磁性層として、例えばCoZrNb、FeSiAl、FeTaC、CoTaC、NiFe、Fe、FeCoB、FeCoN、FeTaNがあげられる。

【0025】

また、軟磁性層と基板との間に、例えば面内硬磁性膜及び反強磁性膜等のバイアス付与層を設けることができる。軟磁性層は磁区を形成しやすく、この磁区からスパイク状のノ

イズが発生することから、バイアス付与層の半径方向の一方向に磁界を印加することにより、その上に形成された軟磁性層にバイアス磁界をかけて磁壁の発生を防ぐことができる。バイアス付与層を積層構造として異方性を細かく分散して大きな磁区を形成しにくくすることもできる。バイアス付与層材料としては、CoCrPt、CoCrPtB、CoCrPtTa、FePt、CoCrPtTaNd、CoSm、CoPt、CoPtO、CoPtCrO、CoPt-SiO₂、CoCrPt-SiO₂、CoCrPtO-SiO₂があげられる。

【0026】

基板には、ガラス基板、Al系の合金基板あるいは表面が酸化したSi単結晶基板、セラミックス、及びプラスチック等を使用することができる。さらに、それら非磁性基板表面にNiP合金などのメッキが施されている場合でも同様の効果が期待される。

【0027】

磁気記録層上には、保護層を設けることができる。保護層としては、例えばC、ダイヤモンドカーボン(DLC)、SiN_x、SiO_x、CN_xがあげられる。

【0028】

スパッタリング法として、コンポジットターゲットを用いた単元のスパッタリング法及びそれぞれの物質のターゲットを用いた、多元同時スパッタリング法を用いることができる。また、Ar等のスパッタリングガス中に、必要に応じて酸素を添加しても良い。

【発明の効果】

【0029】

本発明の磁気記録媒体によれば、磁性結晶粒子の結晶性や配向性を乱すことなく、磁性結晶粒子の粒径を微細化することができ、良好なSNR特性を有し、高密度記録を実現することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0030】

以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。

【第1の実施形態】

図1には、第1の実施形態である磁気記録再生装置の一例を一部分解した斜視図を示し、図2には図1の磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク(磁気記録媒体)の一例の断面模式図を示し、図3には磁気ディスク(磁気記録媒体)の別の例の断面模式図を示し、

図4には磁気ディスク（磁気記録媒体）の他の例の断面模式図を示す。

【0031】

図1に示すように、本実施形態の磁気記録再生装置60は、上面の開口した矩形箱状の筐体61と、複数のねじにより筐体61にねじ止めされる筐体の上端開口を閉塞する図示しないトップカバーを有している。

筐体61内には、本発明に係る磁気記録媒体からなる磁気ディスク62と、この磁気ディスク62を支持及び回転させる駆動手段としてのスピンドルモータ63と、磁気ディスク62に対して磁気信号の記録及び再生を行う磁気ヘッド64と、磁気ヘッド64を先端に搭載したサスペンションを有し且つ磁気ヘッド64を磁気ディスク62に対して移動自在に支持するヘッドアクチュエータ65と、ヘッドアクチュエータ65を回転自在に支持する回転軸66と、回転軸66を介してヘッドアクチュエータ65を回転及び位置決めするボイスコイルモータ67と、ヘッドアンプ回路68とが収納されている。

【0032】

また、図2に示すように、磁気ディスク62（磁気記録媒体）は、基板11と、基板11上に積層された軟磁性層12と、軟磁性層12上に積層された第2下地層13（下地層）と、第2下地層13に積層された第1下地層14（下地層）と、第1下地層14に積層された磁気記録層15と、磁気記録層15に積層された保護層16とから構成されている。

【0033】

基板11は、ガラス基板、Al系の合金基板あるいは表面が酸化したSi単結晶基板、セラミックス、及びプラスチック等をから構成されている。また、基板11上にNiP合金などのメッキが施されていてもよい。

【0034】

軟磁性層12は、高透磁率を有するものが好ましく、例えばCoZrNb、FeSiAl、FeTaC、CoTaC、NiFe、Fe、FeCoB、FeCoN、FeTaN等の材料から構成されている。また軟磁性層12の厚みは、50～300nmの範囲が好ましい。

第2下地層13と基板11との間に軟磁性層12を設けることにより、軟磁性層12上に垂直磁気記録層を有するいわゆる垂直二層媒体が構成される。この軟磁性層12は、単磁極ヘッドからの記録磁界を水平方向に通して磁気ヘッド側へ還流させるという磁気ヘッ

ドの機能の一部を担っている。

【0035】

第1下地層14及び第2下地層13は、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子を含むものである。第2下地層13と第1下地層14は、異なる材質とすることが好ましい。また、第1下地層14の厚みは3～20nmの範囲が好ましく、第2下地層13の厚みは3～20nmの範囲が好ましい。

【0036】

また、図3に示すように、第2下地層13と軟磁性層12との間に、第3下地層23を設けても良い。更に図4に示すように、第2下地層13と軟磁性層12との間に、第3下地層23及び第4の下地層33を設けても良い。

【0037】

また、磁気記録層15は、磁性結晶粒子と、この磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを具備して構成されている。また磁気記録層15の厚みは3～20nmの範囲とされている。

磁性結晶粒子は、主成分としてCoを含有するとともにPt及びCrを含有し、かつ磁化容易軸が前記基板に対し垂直に配向されてなるものである。この磁性結晶粒子を構成するCoPtCr系合金は、高い結晶磁気異方性エネルギーを有しているため熱揺らぎ耐性が高く、本発明の磁気記録媒体に用いて好適である。これらの合金系に、磁気特性を改善する目的で、必要に応じてTaやCu、Bといった添加元素を加えることもできる。より好ましくは、CoCrPt、CoCrPtB、CoCrPtTa、CoCrPtNd、CoCrPtCu等があげられる。

【0038】

また、粒界領域は、TiO及び/またはTi₂O₃が少なくとも含有され、更にTiO₂が含まれる。磁気記録層15中におけるこれらのTiの酸化物の物質量の割合は、5モル%以上15モル%以下の範囲に設定されている。また、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は90モル%以下に設定されている。

【0039】

TiO及び/またはTi₂O₃といった酸化数の小さい酸化物を、粒界領域成分として用いることで、TiOやTi₂O₃よりも熱安定性に優れたTiO₂が粒界に形成される。この効果により、TiOやTi₂O₃が磁性結晶粒界に高速で拡散する。これにより、粒界領域が磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成することがなく、微細化されたグラニューラ構造

を形成することができる。

【0040】

また、Ti酸化物の物質量の割合が5モル%未満であるとR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15モル%を超えると磁性結晶粒子の結晶軸配向に悪影響を及ぼし、R/W特性における再生出力が低下する傾向があるので好ましくない。

さらに、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合が90モル%を超えると、TiO₂のみを添加した場合に比べてR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れないので好ましくない。

【0041】

なお、磁性層中のTiの酸化物の物質量の割合は、例えば透過型電子顕微鏡を用いたエネルギー分散型X線分光分析法(TEM-EDX)や、X線光電子分光法(XPS)、オージェ電子分光法(AES)等で分析することができる。また、TiO₂成分の割合は、例えばXPSやX線吸収広域連続微細構造(EXAFS)、X線吸収端近傍微細構造(XANES)等によって分析することができる。

【0042】

保護層16は、例えばC、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)、SiN_x、SiO_x、CN_x等から構成されている。この保護層16により、磁気記録層15を機械的に保護することができる。

【0043】

また、本実施形態の磁気ディスクを製造するにあたって、磁気記録層15等の各層を形成するには、スパッタリング法を用いることが好ましい。特に、コンボジットターゲットを用いた単元のスパッタリング法を用いることができ、また、それぞれの物質のターゲットを用いた多元同時スパッタリング法を用いることもできる。また、Ar等のスパッタリングガス中に、必要に応じて酸素を添加しても良い。

【0044】

【第2の実施形態】

図5には、本発明の第2の実施形態である磁気ディスク72(磁気記録媒体)の断面模式図を示す。

本実施形態の磁気ディスク72(磁気記録媒体)は、基板11と、基板11上に積層さ

れた軟磁性層 12 と、軟磁性層 12 上に積層された第 2 下地層（下地層） 13 と、第 2 下地層 13 に積層された第 1 下地層 24（下地層）と、第 1 下地層 24 に積層された磁気記録層 15 と、磁気記録層 15 に積層された保護層 16 とから構成されている。

【0045】

本実施形態と第 1 の実施形態の相違点は、第 1 下地層 24 がグラニュー構造からなる点である。従って上記の各構成要素のうち、基板 11、軟磁性層 12、第 2 下地層 13、磁気記録層 15 及び保護層 16 は、第 1 の実施形態で説明した同一符号の構成要素と同じものである。よってこれらの構成要素の説明は省略する。

【0046】

本実施形態の磁気ディスク 72（磁気記録媒体）を構成する第 1 下地層 24 は、Ru、Rh、Pt、Pd の内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、この非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域から構成されている。粒界領域は、Si、Cr、Ti の内より選択される少なくとも一種の元素の酸化物を含んで構成されている。

【0047】

このように、下地層に酸化物を添加してグラニュー構造とすることで、磁気記録媒体の R/W 特性をさらに向上させることができる。添加する酸化物は上記のように Si、Cr、Ti の酸化物が好ましく、特に TiO₂ 及び/または Ti₂O₃ を含有する Ti の酸化物を用いると R/W 特性をさらに向上させることができる。

【0048】

第 1 下地層 24 への上記酸化物の添加量は、好ましくは 1 ないし 15 モル％、より好ましくは 3 ％ないし 10 ％である。1 モル％未満では R/W 特性における SNR の顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15 モル％を超えると磁気記録層の配向性が低下し R/W 特性における SNR が低下する傾向がみられるので好ましくない。

また、Ti の酸化物中の TiO₂ 成分の割合は、90 モル％以下であれば R/W 特性における SNR 向上効果みられて好ましく、40 モル％ないし 60 モル％であれば SNR 向上効果がさらに顕著であるためより好ましい。

【実施例】

【0049】

以下、実施例を示し、本発明をより具体的に説明する。

（実施例 1）

2. 5インチハードディスク形状の非磁性ガラス基板を用意した。

次に、スパッタリング装置の真空チャンバ内を 2×10^{-5} Pa以下に排気した後、0.67 PaのAr雰囲気とし、 $\text{Co}_{84}\text{Zr}_6\text{Nb}_{10}$ ターゲットを使用して、厚さ200 nmの $\text{Co}_{84}\text{Zr}_6\text{Nb}_{10}$ からなる軟磁性層を積層した。次に、Taターゲットを使用し、厚さ8 nmのTa層からなる第2下地層を形成した。その後、3 PaのAr雰囲気中で、Ruターゲットを使用して厚さ15 nmのRu層からなる第1下地層を積層した。

【0050】

次に、磁性結晶粒子材料として、Co10 at%とCr14 at%とを含有するCoCrPt合金粉末と、TiO粉末とを混合したコンポジットターゲットを用い、厚さ13 nmの磁気記録層を形成した。その後、0.67 PaのAr雰囲気中で、厚さ5 nmのC(炭素)からなる保護層を積層した。保護層を成膜した後、保護層表面にディップ法によりパーフルオロポリエーテル(PFPE)潤滑剤を13 Å (1.3 nm)の厚さに塗布し、図2に示すような磁気記録媒体を得た。

【0051】

各ターゲットへの投入電力は1000 Wとした。また、磁気記録層の組成は、CoCrPt合金とTiOとのモル比を $(1-x):x$ として、 x を0から0.2の範囲で変化した。組成は、コンポジットターゲット作製時のCoCrPt合金粉末とTiO粉末の混合比を変化させることで制御した。また、比較として、TiOの代わりに SiO_2 、 TiO_2 を用いたものも作製した。この他、磁気記録層の成膜時のスパッタリングガス(Ar)中に、酸素を添加することによって、磁性膜中の $(\text{TiO}+\text{Ti}_2\text{O}_3):\text{TiO}_2$ 成分比を変化させたものも作製した。

【0052】

得られた磁気記録媒体について、スピンスタンドを用いてR/W特性を評価した。磁気ヘッドとして、記録トラック幅0.3 μm の単磁極ヘッドと、再生トラック幅0.2 μm のMRヘッドを組み合わせたものを用いた。測定条件は、半径位置20 mmと一定の位置で、ディスクを4200 rpmで回転させて行った。

媒体SNRとして微分回路を通した後の微分波形の信号ノイズ比(SNR_m) (但し、Sは線記録密度119 kfc iの出力、Nmは716 kfc iでのrms (root mean square) 値) の値を、また、記録分解能の指標として、微分波形の半値幅dPW50を評価した。

磁気記録層中の各酸化物の組成は、加速電圧400 kVのTEM-EDXを用いて分析した。また、磁気記録層中の TiO 、 Ti_2O_3 、 TiO_2 の比は、XPSによって得られたそれぞれの相に対応するエネルギーの位置にあるピークの積分強度を比較することで同定した。

下記表1に、 $x = 0.08$ で各添加材料を添加した場合のSNRm値及びdPW50値を示す。

【0053】

【表1】

【0054】

表1に示すように、SNRm値及びdPW50値は、 TiO を添加した場合の方が、 SiO_2 または TiO_2 単体を添加した場合と比較して勝っていることが分かった。

また、図6に、 TiO 添加の場合について、添加量 x とSNRm値の関係を表すグラフを示す。添加量が5モル%から15モル%の場合、SNRmが向上して、好ましいことが分かった。

また、図7に、添加材料が TiO の場合について、添加量 x が0.08の場合について、 $(TiO + Ti_2O_3 + TiO_2) : TiO_2$ の比を $(1-y) : y$ として、 y とSNRm値の関係を示す。 y が0.9以下の場合、SNRmが向上して、好ましいことが分かった。

更に、添加材料が TiO の場合について、 $x = 0.08$ 、 $y = 0.6$ のものについてTEMを用いて磁気記録層部分の微細構造を観察した。その結果、磁性結晶粒子部分と結晶粒界部分が明確に観察され、磁性結晶粒子を母材が取り囲むグラニューラ構造が形成されていることが分かった。

【0055】

次に、添加材料が TiO で、 $x = 0.08$ 、 $y = 0.6$ の場合について、第2下地層のRuを、Rh、Pt、Pd、あるいはIrに各々置き換えたこと以外は上記と同様にして、下記表2に示す種々の下地層の組合せを有する磁気記録媒体を作製し、評価した。各下地層を用いた場合のSNRm値を表2に示す。

【0056】

【表2】

【0057】

表2から明らかなように、いずれの下地層を用いた場合も良好なSNRm値が得られ、

好ましいことが分かった。

【0058】

次に、第2の下地層と軟磁層の間に、第3の下地層を設け、下地層を3層構造にし、下記表3に示す種々の下地層の組合せを有する図3に示すような磁気記録媒体を作成し、評価した。添加材料がTiOの場合について、添加量 $x=0.08$ 、 $y=0.6$ の場合についてのSNRm値を表3に示す。

【0059】

【表3】

【0060】

表3から明らかなように、いずれの下地層を用いた場合も良好なSNRm値が得られ、好ましいことが分かった。

【0061】

(実施例2)

まず、2.5インチハードディスク形状の非磁性ガラス基板を用意した。

次に、スパッタリング装置の真空チャンバ内を 2×10^{-5} Pa以下に排気した後、0.67 PaのAr雰囲気とし、実施例1と同様にして、厚さ200 nmの $\text{Co}_{84}\text{Zr}_6\text{Nb}_{10}$ なる組成の軟磁性層、厚さ8 nmのTa層からなる第2下地層を形成した。

次に、真空チャンバ内を3 PaのAr雰囲気とし、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、TiO、 TiO_2 のうちのいずれかと、Ruとを混合したコンポジットターゲットを使用し、厚さ15 nmの第1下地層を積層した。

【0062】

次に、Co10 at%とCr14 at%とを含有するCoCrPt合金粉末に、8モル%のTiO粉末を混合して得たコンポジットターゲットを用い、厚さ13 nmの磁気記録層を形成した。その後、真空チャンバ内を0.67 PaのAr雰囲気とし、厚さ5 nmのCからなる保護層を積層した。保護層の成膜後、保護層表面にディップ法によりPFPE潤滑剤を13 Å (1.3 nm)の厚さに塗布し、磁気記録媒体を得た。

【0063】

各ターゲットへの投入電力は1000 Wとした。第1下地層の組成は、Ruと各酸化物のモル比を $(1-a):a$ として、 a を0から0.2の範囲で変化させた。また、第1下地層中のTi酸化物中の TiO_2 成分の割合を、 $(\text{TiO}+\text{Ti}_2\text{O}_3+\text{TiO}_2):\text{TiO}$

$2 = (1 - b) : b$ として、実施例1の磁気記録層中の TiO_2 成分の割合と同様の方法で b を変化させた。

作製した磁気記録媒体について、実施例1と同様の方法で各特性を評価した。 $a = 0.09$ の場合について、各酸化物を用いた場合の $SNRm$ 値及び $dPW50$ 値を下記表4に示す。

【0064】

【表4】

【0065】

表4に示すように、第1下地層が Ru 単体の場合と比較すると、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO_2 、 TiO のいずれかを添加した場合に、 $SNRm$ が勝っていることが分かった。

図8に、第1下地層への添加材料が TiO の場合について、添加量 a と $SNRm$ 値の関係を示す。添加量 a が0.01から0.2の範囲の場合、 $SNRm$ が向上して、さらに好ましいことが分かった。第1下地層への添加材料を SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO_2 とした場合においても同様の傾向が見られた。

また、図9に、第1下地層への添加材料が TiO の場合について、 $a = 0.09$ の場合の、 TiO_2 成分の割合 b と $SNRm$ の関係を示す。 b が0.9以下の場合、 $SNRm$ が向上して、好ましいことが分かった。

【0066】

次に、第1下地層への添加材料が TiO の場合について、第1下地層の Ru の代わりに、 Rh 、 Pt 、 Pd 、あるいは Ir を使用すること以外は上記と同様にして、表5に示す種々の下地層の組合せを有する磁気記録媒体を作成し、評価した。添加量 $a = 0.09$ の場合についての $SNRm$ 値を表5に示す。

【0067】

【表5】

【0068】

表5に示すように、いずれの下地層を用いた場合も良好な $SNRm$ 値が得られ、好ましいことが分かった。同様の傾向は、第1下地層への添加材料として SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO_2 を使用した場合においても見られた。

【0069】

次に、第2下地層と軟磁層の間に第3下地層を設け、下地層を3層構造とし、表6に示

す種々の下地層の組合せを有する磁気記録媒体を作成し、評価した。第1下地層への添加材料がTiOの場合について、添加量 $a = 0.09$ の場合についてのSNRm値を表6に示す。

【0070】

【表6】

【0071】

表6に示すように、いずれの下地層を用いた場合も良好なSNRm値が得られ、好ましいことが分かった。同様の傾向は、第1下地層への添加材料としてSiO₂、Cr₂O₃、TiO₂を使用した場合においても見られた。

【0072】

さらに、第3下地層と軟磁層の間に第4下地層を設け、下地層を4層構造とし、図4に示すような磁気記録媒体を作製し、評価した。下地層の組合せは、下記表7に示す通りとした。表7には、第1下地層への添加材料がTiOの場合について($a = 0.09$)のSNRm値を示す。

【0073】

【表7】

【0074】

表7に示すように、いずれの下地層を用いた場合も良好なSNRm値が得られ、好ましいことが分かった。同様の傾向は、第1の下地層への添加材料としてSiO₂、Cr₂O₃、TiO₂を使用した場合においても見られた。

【図面の簡単な説明】

【0075】

【図1】 図1は、本発明の第1の実施形態である磁気記録再生装置の一例を一部分解した斜視図。

【図2】 図2は、図1に示す磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク（磁気記録媒体）の一例の構成を示す断面模式図。

【図3】 図3は、図1に示す磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク（磁気記録媒体）の別の例の構成を示す断面模式図。

【図4】 図4は、図1に示す磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク（磁気記録媒体）の他の例の構成を示す断面模式図。

【図5】 図5は、本発明の第2の実施形態である磁気ディスク（磁気記録媒体）の構成を示す断面模式図。

【図6】 図6は、実施例1のTiO添加量とSNRm値の関係を示すグラフ。

【図7】 図7は、実施例1のTi酸化物中の、TiO₂成分の割合とSNRm値の関係を示すグラフ。

【図8】 図8は、実施例2のTiO添加量とSNRm値の関係を示すグラフ。

【図9】 図9は、実施例2のTi酸化物中の、TiO₂成分の割合とSNRm値の関係を示すグラフ。

【符号の説明】

【0076】

11…基板、12…軟磁性層、13…第2下地層（下地層）、14…第1下地層（下地層）、15…磁気記録層、16…保護層、23…第3下地層（下地層）、33…第4下地層（下地層）、60…磁気記録再生装置、61…筐体、62…磁気ディスク（磁気記録媒体）、63…スピンドルモータ、64…磁気ヘッド、65…ヘッドアクチュエータ、66…回転軸、67…ボイスコイルモータ、68…ヘッドアンプ回路

【表 1】

添加材料	S N R m (d B)	d P W 5 0 (n m)
S i O ₂	17.1	90
T i O ₂	16.5	87
T i O	18.0	74

【表 2】

第 2 の下地層 8nm	第 1 の下地層 15nm	S N R m (d B)
T a	R u	18.7
T a	R h	18.5
T a	P t	18.5
T a	P d	18.6
T a	I r	18.0

【表 3】

第 3 の下地層 8nm	第 2 の下地層 5nm	第 1 の下地層 15nm	S N R m (d B)
T a	P t	R u	19.1
T a	P d	R u	18.8
T a	I r	R u	19.0
T a	P t	R h	18.7
T a	P d	R h	18.8
T a	I r	R h	18.6

【表 4】

第 2 の下地層 8nm	第 1 の下地層 15nm	S N R m (d B)	d P W 5 0 (n m)
T a	R u	18.7	72
T a	R u - S i O ₂	19.5	72
T a	R u - C r ₂ O ₃	19.3	72
T a	R u - T i O ₂	19.2	73
T a	R u - T i O	19.8	70

【表 5】

第 2 の下地層 8 nm	第 1 の下地層 15 nm	S N R m (d B)
T a	R u - T i O	19.8
T a	R h - T i O	19.6
T a	P t - T i O	19.3
T a	P d - T i O	19.3
T a	I r - T i O	19.1

【表 6】

第 3 の下地層 8 nm	第 2 の下地層 5 nm	第 1 の下地層 15 nm	S N R m (d B)
T a	P t	R u - T i O	20.1
T a	P d	R u - T i O	20.1
T a	I r	R u - T i O	19.9
T a	P t	R h - T i O	19.9
T a	P d	R h - T i O	19.9
T a	I r	R h - T i O	19.7

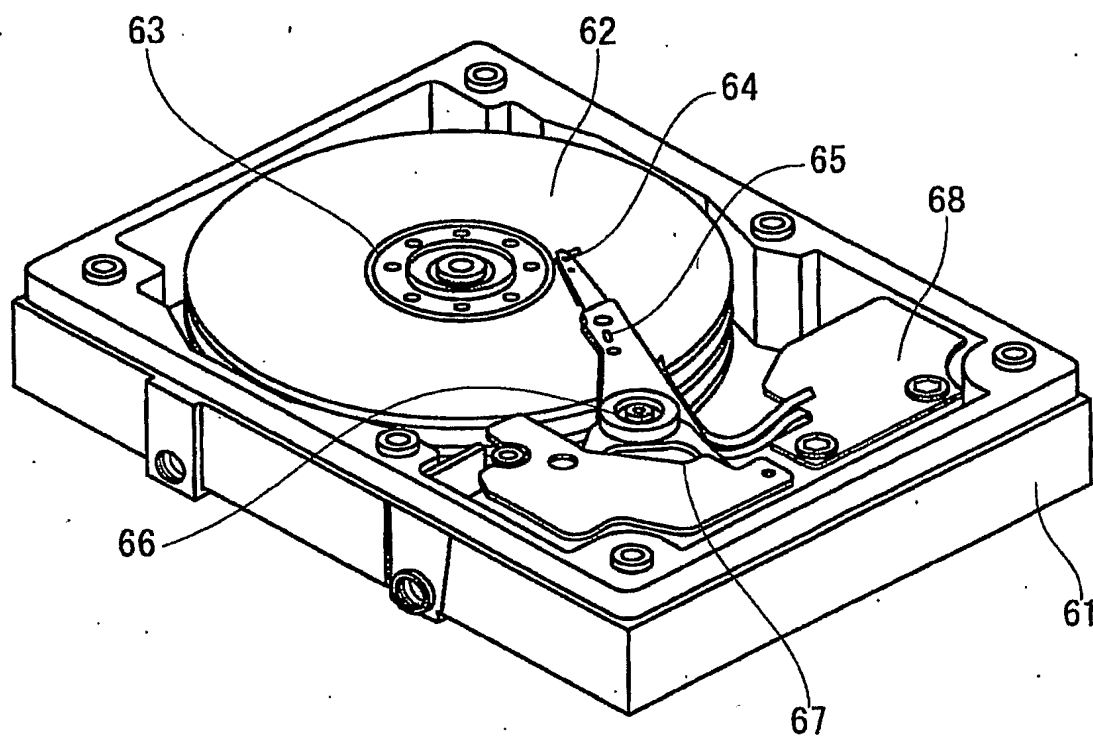
【表 7】

第 4 の下地層 8 nm	第 3 の下地層 5 nm	第 2 の下地層 15 nm	第 1 の下地層 3 nm	S N R m (d B)
T a	P t	R u	R u - T i O	21.0
T a	P d	R u	R u - T i O	21.0
T a	I r	R u	R u - T i O	20.8
T a	P t	R h	R u - T i O	20.5
T a	P d	R h	R u - T i O	20.5
T a	I r	R h	R u - T i O	20.3
T a	P t	R u	R h - T i O	20.8
T a	P d	R u	R h - T i O	20.8
T a	I r	R u	R h - T i O	20.7
T a	P t	R h	R h - T i O	20.4
T a	P d	R h	R h - T i O	20.3
T a	I r	R h	R h - T i O	20.3

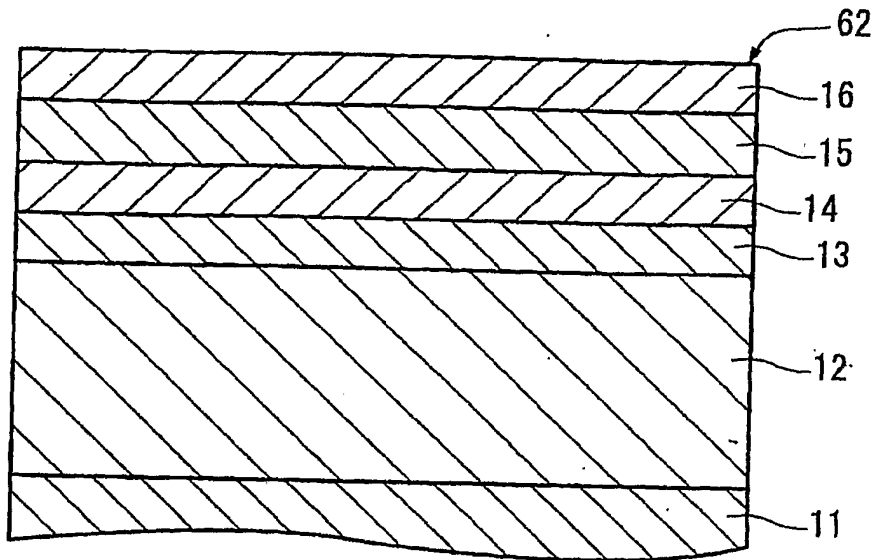
【書類名】 図面

【図1】

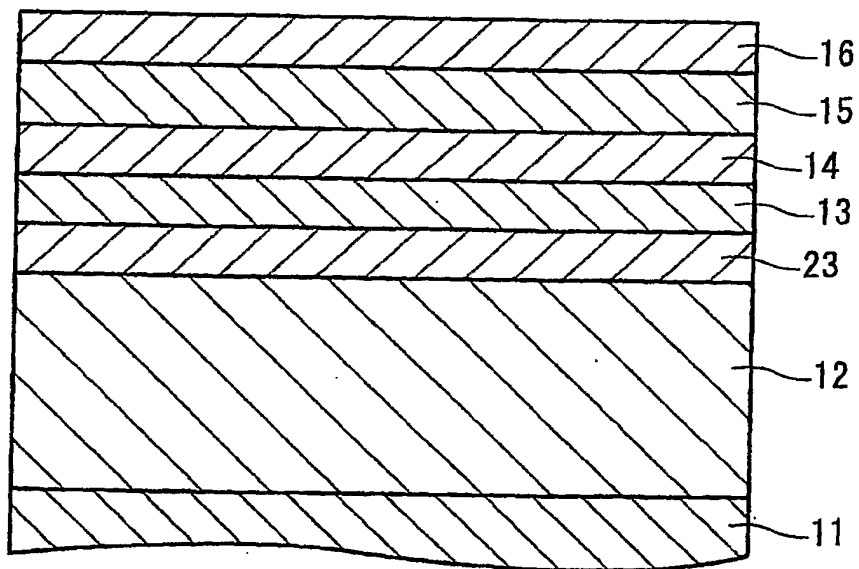
Tomoyuki MAEDA, et al. P79246
MAGNETIC RECORDING MEDIUM,.....
Sheldon I. Landsman 202-293-7060
December 31, 2003
1 of 5



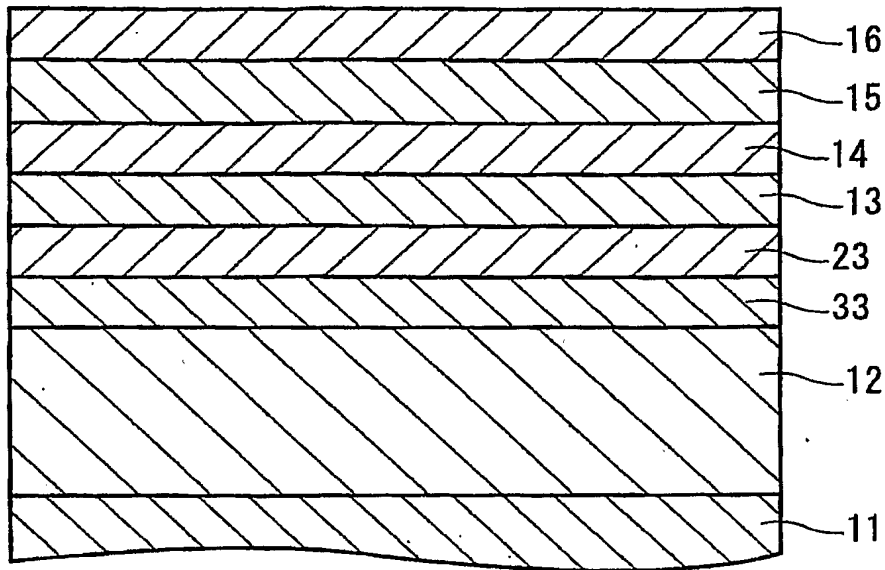
【図2】



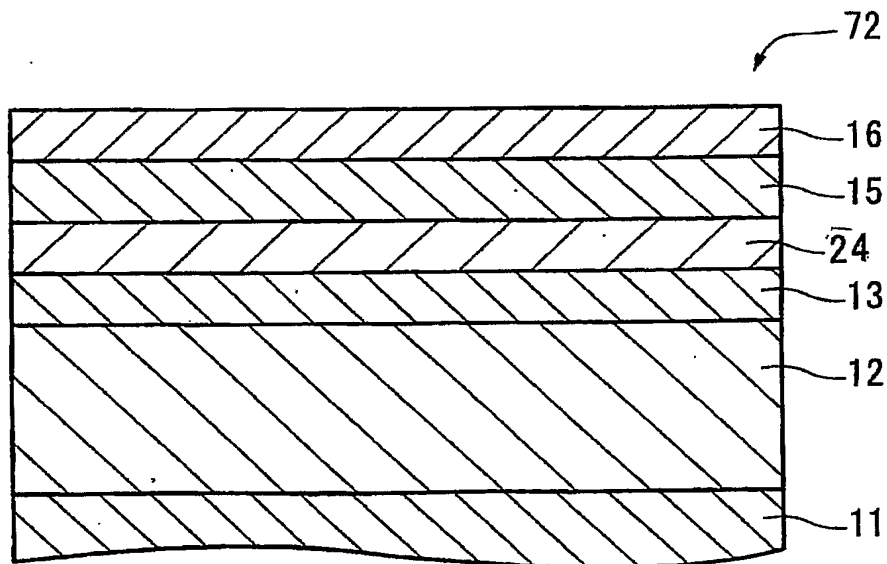
【図3】



【図4】

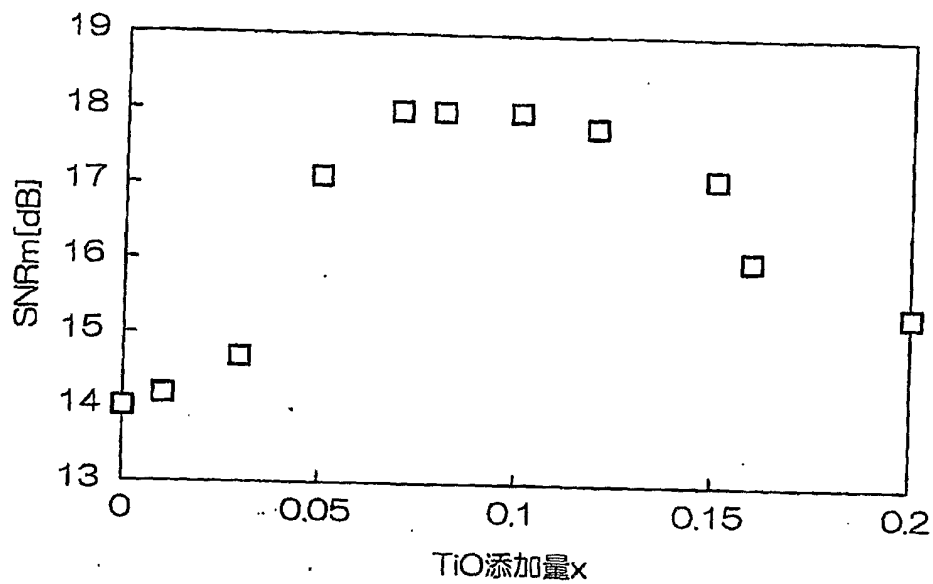


【図5】

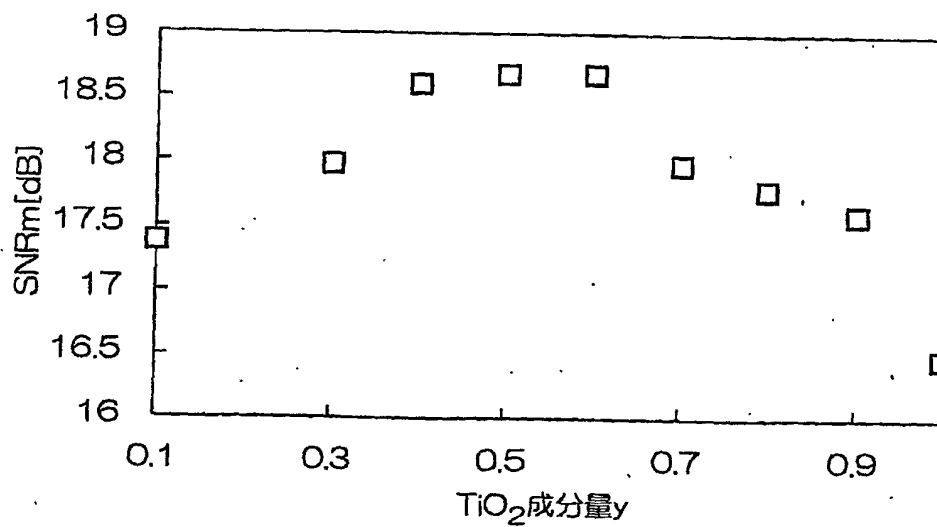


【図6】

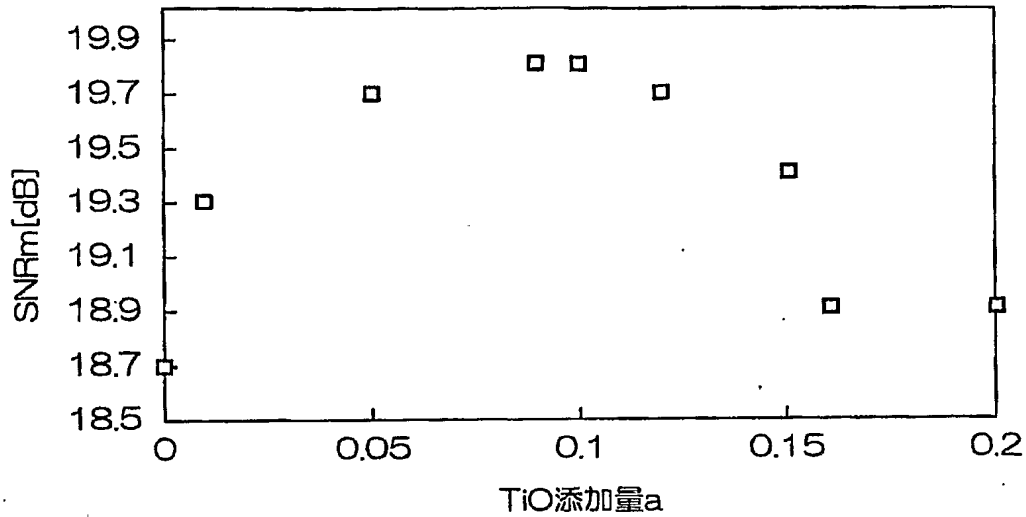
Tomoyuki MAEDA, et al. P79246
MAGNETIC RECORDING MEDIUM,.....
Sheldon I. Landsman 202-293-7060
December 31, 2003
4 of 5



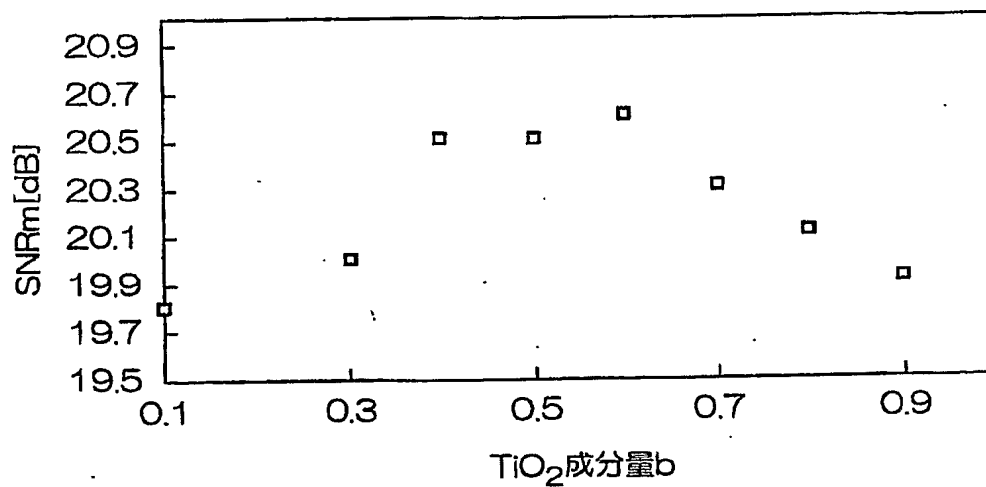
【図7】



【図8】



【図9】



Document made available under the Patent Cooperation Treaty (PCT)

International application number: PCT/JP04/019781

International filing date: 24 December 2004 (24.12.2004)

Document type: Certified copy of priority document

Document details: Country/Office: JP
Number: 2003-434826
Filing date: 26 December 2003 (26.12.2003)

Date of receipt at the International Bureau: 17 February 2005 (17.02.2005)

Remark: Priority document submitted or transmitted to the International Bureau in compliance with Rule 17.1(a) or (b)



World Intellectual Property Organization (WIPO) - Geneva, Switzerland
Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle (OMPI) - Genève, Suisse

24.12.2004

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

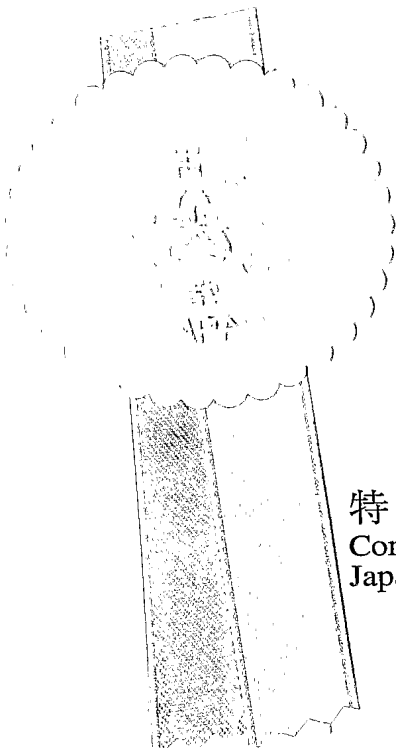
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 1 2 月 2 6 日
Date of Application:

出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 4 3 4 8 2 6
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 4 3 4 8 2 6]

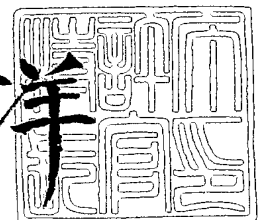
出 願 人
Applicant(s): 株式会社東芝
 昭和電工株式会社



特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

2 0 0 5 年 2 月 4 日

小 川 洋



出証番号 出証特 2 0 0 5 - 3 0 0 6 7 9 8

【書類名】 特許願
【整理番号】 11H150433
【提出日】 平成15年12月26日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 G11B 5/66
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都青梅市末広町 2 丁目 9 番地 株式会社東芝 青梅工場内
 【氏名】 前田 知幸
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都青梅市末広町 2 丁目 9 番地 株式会社東芝 青梅工場内
 【氏名】 及川 壮一
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都青梅市末広町 2 丁目 9 番地 株式会社東芝 青梅工場内
 【氏名】 岩崎 剛之
【発明者】
 【住所又は居所】 東京都青梅市末広町 2 丁目 9 番地 株式会社東芝 青梅工場内
 【氏名】 中村 太
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市八幡海岸通 5 番の 1 昭和電工エイチ・ディー株式
 会社内
 【氏名】 酒井 浩志
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市八幡海岸通 5 番の 1 昭和電工エイチ・ディー株式
 会社内
 【氏名】 清水 謙治
【発明者】
 【住所又は居所】 千葉県市原市八幡海岸通 5 番の 1 昭和電工エイチ・ディー株式
 会社内
 【氏名】 坂脇 彰
【特許出願人】
 【識別番号】 000003078
 【氏名又は名称】 株式会社東芝
【特許出願人】
 【識別番号】 000002004
 【氏名又は名称】 昭和電工株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100064908
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 志賀 正武
【選任した代理人】
 【識別番号】 100108578
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 高橋 詔男
【選任した代理人】
 【識別番号】 100089037
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 渡邊 隆

【選任した代理人】
【識別番号】 100101465
【弁理士】
【氏名又は名称】 青山 正和
【選任した代理人】
【識別番号】 100094400
【弁理士】
【氏名又は名称】 鈴木 三義
【選任した代理人】
【識別番号】 100107836
【弁理士】
【氏名又は名称】 西 和哉
【選任した代理人】
【識別番号】 100108453
【弁理士】
【氏名又は名称】 村山 靖彦
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 008707
【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
【物件名】 特許請求の範囲 1
【物件名】 明細書 1
【物件名】 図面 1
【物件名】 要約書 1
【包括委任状番号】 9704938

【書類名】特許請求の範囲**【請求項 1】**

基板と、該基板上に形成された少なくとも一層の下地層と、該下地層上に形成され、磁性結晶粒子及び該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層とを具備してなり、

前記粒界領域は、Tiの酸化物を含み、前記磁気記録層中の該Tiの酸化物の物質量の割合が5モル%以上15モル%以下であり、かつ前記Tiの酸化物としてTiO₂及び/またはTi₂O₃が少なくとも含有されてなることを特徴とする磁気記録媒体。

【請求項 2】

前記Tiの酸化物としてTiO₂が含まれ、該Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項 3】

前記磁性結晶粒子は、主成分としてCoを含有するとともにPt及びCrを含有し、かつ磁化容易軸が前記基板に対し垂直に配向されてなることを特徴とする請求項1または請求項2に記載の磁気記録媒体。

【請求項 4】

前記下地層の少なくとも一層に、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子が含まれていることを特徴とする請求項1ないし請求項3のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 5】

前記下地層が、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、該非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とから構成され、該粒界領域は、Si、Cr、Tiの内より選択される少なくとも一種の元素の酸化物を含むことを特徴とする請求項1ないし請求項4のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 6】

前記下地層中の前記酸化物の物質量の割合が1モル%以上15モル%以下であることを特徴とする請求項1ないし請求項5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 7】

前記下地層に含まれる前記酸化物がTiの酸化物であり、かつTiの酸化物としてTiO₂及び/またはTi₂O₃が少なくとも含有されていることを特徴とする請求項1ないし請求項6のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 8】

前記下地層に含まれる前記Tiの酸化物としてTiO₂が含まれ、該Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする請求項1ないし請求項7のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項 9】

下地層が形成された基板を用意し、該下地層上に、磁性結晶粒子材料と、TiO₂及び/またはTi₂O₃を含む材料とを蒸着することにより、磁性結晶粒子と、該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層を形成する工程を含むことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 10】

前記磁気記録層中の粒界領域は、Tiの酸化物を含み、該Tiの酸化物の物質量の割合が、5モル%以上15モル%以下であることを特徴とする請求項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 11】

前記磁気記録層に含まれる前記Tiの酸化物としてTiO₂が含まれ、該Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする請求項9または請求項10に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 12】

前記磁気記録層に含まれる前記磁性結晶粒子が、主成分としてCoを含有するとともに

P t 及び C r を含有し、かつ磁化容易軸が基板に対し垂直に配向していることを特徴とする請求項 9 ないし請求項 1 1 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 1 3】

前記下地層の少なくとも一層が、R u、R h、P t、P d の内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子を含むことを特徴とする請求項 9 ないし請求項 1 2 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 1 4】

前記下地層の少なくとも一層が、R u、R h、P t、P d の内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、該非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域から構成され、該粒界領域は、S i、C r、T i の内より選択される少なくとも 1 種の元素の酸化物を含むことを特徴とする請求項 9 ないし請求項 1 3 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 1 5】

前記下地層に含まれる前記酸化物の物質量の割合が 1 モル % 以上 1 5 モル % 以下であることを特徴とする請求項 9 ないし請求項 1 4 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 1 6】

前記下地層に含まれる前記酸化物が T i の酸化物であり、かつ T i の酸化物として T i O 及び/または T i₂ O₃ を含有することを特徴とする請求項 9 ないし 1 5 のいずれか 1 項に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 1 7】

下地層に含まれる前記 T i の酸化物として T i O₂ が含まれ、該 T i の酸化物中の T i O₂ 成分の割合が、9 0 モル % 以下であることを特徴とする請求項 9 ないし請求項 1 6 のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項 1 8】

請求項 1 ないし請求項 8 のいずれかに記載の磁気記録媒体と記録再生ヘッドとを具備することを特徴とする磁気記録再生装置。

【請求項 1 9】

前記記録再生ヘッドが単磁極記録ヘッドであることを特徴とする請求項 1 8 に記載の磁気記録再生装置。

【書類名】明細書

【発明の名称】磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法並びに磁気記録再生装置

【技術分野】

【0001】

本発明は、磁気記録技術を用いたハードディスク装置等に用いられる磁気記録媒体、その製造方法、及び磁気記録再生装置に関する。

【背景技術】

【0002】

コンピュータを中心に利用されている情報記録、再生を行う磁気記憶装置（HDD）は、その大容量、安価性、データアクセスの速さ、データ保持の信頼性などの理由により、近年徐々に応用の幅を広げ、家庭用ビデオデッキ、オーディオ機器、車載ナビゲーションシステムなど様々な分野で利用されている。HDDの利用の幅が広がるにつれ、その記憶容量の高密度化の要求も増し、近年HDDの高密度化開発はますます激しさを増している。

【0003】

現在、市販されている磁気記録再生装置には、面内磁気記録方式が利用されている。この方式では、情報を記録する磁気記録層を構成する磁性結晶粒子が、基板に対して平行方向にその磁化容易軸を持つ。ここで、磁化容易軸とは、磁化の方向が向きやすい軸のことであり、Co系合金の場合、Coのhcp構造のc軸のことを指す。面内磁気記録媒体では、記録密度を高めるため記録ビットを小さくすることに対応して、磁性層の磁化反転単位径が小さくなりすぎ、その情報が熱的に消去されるいわゆる熱ゆらぎ効果によって、記録再生特性が悪化する可能性がある。さらに、高密度化につれ、記録ビット間の境界領域で発生する反磁界の影響により媒体から発生するノイズが増大する傾向がある。

【0004】

これに対し、磁気記録層中の磁化容易軸が基板に対して、略垂直方向に配向した、いわゆる垂直磁気記録方式は、高密度化の際にも記録ビット間の反磁界の影響が少なく、また高密度化においても静磁的に安定である。このため、垂直磁気記録方式は、面内記録方式に変わる技術として、近年大きな注目を集めている。垂直磁気記録媒体は、一般に、基板と、磁気記録層を配向させるための配向制御下地層と、硬質磁性材料の磁気記録層と、磁気記録層の表面を保護する保護層から形成されている。さらに、基板と下地層との間に、記録時に磁気ヘッドから発生する磁束を集中させる役割を担う軟磁性裏打ち層が設けられることもある。

【0005】

垂直磁気記録媒体においても、記録密度の高密度化には、熱安定性を保ちながら低ノイズ化を実現する必要がある。ノイズ低減法としては、記録層の磁性結晶粒子そのものの大きさを微細化する方法が一般に用いられている。現在、広く用いられているCoCr系磁性層を例にとると、TaやBを添加し、あるいは適当な温度で熱して粒界に非磁性Crを偏析させることによって、磁性粒子を微細化させている。しかし垂直磁気記録媒体では、Cr偏析による磁性粒子微細化が十分に達成できておらず、磁性結晶粒子間の空間的な分離も不完全なため、粒子間の磁氣的相互作用が十分低減できていない。これにより、記録ビット間の転移ノイズが十分低減できないという問題が起っていた。

【0006】

この磁氣的相互作用を低減させる方策として、記録層にSiO₂を添加し、磁性結晶粒子がSiO₂添加物によって取り囲まれたグラニューラ構造を有する磁気記録層を形成する方法がある（例えば、特許文献1参照）。

また、記録層にTiO₂を添加し、磁性結晶粒子がTiO₂添加物によって取り囲まれたグラニューラ構造を有する磁気記録層を形成する方法もある（例えば、特許文献2参照）。

。

【特許文献1】特開2002-83411号公報

【特許文献2】特開2001-43526号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

しかし、 SiO_2 は、膜中における拡散速度が遅く、磁性結晶粒界へ十分に析出できないため、析出しきれない SiO_2 の一部が磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成し、これにより磁性結晶粒子の結晶性や配向性が乱され、その結果、記録再生(R/W)特性における信号対ノイズ比(SNR)が低化するという問題があった。

また TiO_2 は、熱安定性が高く、磁性結晶粒界へ十分に析出しないため、 TiO_2 の一部が磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成し、これにより磁性結晶粒子の結晶性や配向性が乱され、R/W特性におけるSNRが低化するという問題があった。

【0008】

本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、磁性結晶粒子の結晶性や配向性を乱すことなく、磁性結晶粒子の粒径を微細化せしめ、良好なSNR特性を有し、高密度記録が可能な磁気記録媒体及びこれを用いた磁気記録装置を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0009】

上記の目的を達成するために、本発明は以下の手段を提供する。即ち、

(1) 基板と、該基板上に形成された少なくとも一層の下地層と、該下地層上に形成され、磁性結晶粒子及び該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層とを具備してなり、前記粒界領域は、Tiの酸化物を含み、前記磁気記録層中の該Tiの酸化物の物質量の割合が5モル%以上15モル%以下であり、かつ前記Tiの酸化物として TiO 及び/または Ti_2O_3 が少なくとも含有されてなることを特徴とする磁気記録媒体。

(2) 前記Tiの酸化物として TiO_2 が含まれ、該Tiの酸化物中の TiO_2 成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項1に記載の磁気記録媒体。

(3) 前記磁性結晶粒子は、主成分としてCoを含有するとともにPt及びCrを含有し、かつ磁化容易軸が前記基板に対し垂直に配向されてなることを特徴とする前項1または前項2に記載の磁気記録媒体。

(4) 前記下地層の少なくとも一層に、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子が含まれていることを特徴とする前項1ないし前項3のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(5) 前記下地層が、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、該非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とから構成され、該粒界領域は、Si、Cr、Tiの内より選択される少なくとも一種の元素の酸化物を含むことを特徴とする前項1ないし前項4のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(6) 前記下地層中の前記酸化物の物質量の割合が1モル%以上15モル%以下であることを特徴とする前項1ないし前項5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(7) 前記下地層に含まれる前記酸化物がTiの酸化物であり、かつTiの酸化物として TiO 及び/または Ti_2O_3 が少なくとも含有されていることを特徴とする前項1ないし前項6のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(8) 前記下地層に含まれる前記Tiの酸化物として TiO_2 が含まれ、該Tiの酸化物中の TiO_2 成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項1ないし前項7のいずれかに記載の磁気記録媒体。

(9) 下地層が形成された基板を用意し、該下地層上に、磁性結晶粒子材料と、 TiO 及び/または Ti_2O_3 を含む材料とを蒸着することにより、磁性結晶粒子と、該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層を形成する工程を含むことを特徴とする磁気記録媒体の製造方法。

(10) 前記磁気記録層中の粒界領域は、Tiの酸化物を含み、該Tiの酸化物の物質量の割合が、5モル%以上15モル%以下であることを特徴とする前項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(11) 前記磁気記録層に含まれる前記Tiの酸化物として TiO_2 が含まれ、該Tiの

酸化物中の TiO_2 成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項9または前項10に記載の磁気記録媒体の製造方法。

(12) 前記磁気記録層に含まれる前記磁性結晶粒子が、主成分としてCoを含有するとともにPt及びCrを含有し、かつ磁化容易軸が基板に対し垂直に配向していることを特徴とする前項9ないし前項11のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(13) 前記下地層の少なくとも一層が、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子を含むことを特徴とする前項9ないし前項12のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(14) 前記下地層の少なくとも一層が、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、該非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域から構成され、該粒界領域は、Si、Cr、Tiの内より選択される少なくとも一種の元素の酸化物を含むことを特徴とする前項9ないし前項13のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(15) 前記下地層に含まれる前記酸化物の物質量の割合が1モル%以上15モル%以下であることを特徴とする前項9ないし前項14のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(16) 前記下地層に含まれる前記酸化物がTiの酸化物であり、かつTiの酸化物として TiO 及び/または Ti_2O_3 を含有することを特徴とする前項9ないし15のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(17) 下地層に含まれる前記Tiの酸化物として TiO_2 が含まれ、該Tiの酸化物中の TiO_2 成分の割合が、90モル%以下であることを特徴とする前項9ないし前項16のいずれかに記載の磁気記録媒体の製造方法。

(18) 前項1ないし前項8のいずれかに記載の磁気記録媒体と記録再生ヘッドとを具備することを特徴とする磁気記録再生装置。

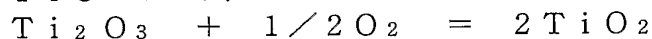
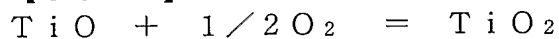
(19) 前記記録再生ヘッドが単磁極記録ヘッドであることを特徴とする前項18に記載の磁気記録再生装置。

【0010】

本発明においては、磁性結晶粒子の分断及び微細化のための添加物として、 TiO 及び/または Ti_2O_3 を採用する。

Tiの酸化物には、酸化数の低いものから順に TiO 、 Ti_2O_3 、 TiO_2 などの存在が知られているが、このうち酸化数4の TiO_2 が常温・大気下で最も熱力学的に安定な相であり、酸化数の小さい TiO や Ti_2O_3 は TiO_2 に比べて不安定な相である。従って、酸素が存在する雰囲気中では下記の化学反応式において、化学反応は右辺側に進行する。

【0011】



【0012】

このように、 TiO 及び/または Ti_2O_3 といった酸化数の小さい酸化物を、添加物として磁性結晶粒子材料と同時に蒸着に供すると、蒸着雰囲気中の残留酸素等の影響により、酸素を求めて粒界に析出し、粒界で TiO_2 が形成される。この効果により、 TiO や Ti_2O_3 の、磁性結晶粒界への拡散の駆動力が著しく増加する。従って TiO や Ti_2O_3 は、従来添加物として用いられてきた SiO_2 や TiO_2 といった熱力学的に安定な酸化物の場合と比較して高速で粒界に拡散し、 SiO_2 等のように磁性結晶粒子内に残留することなく磁性結晶粒子の粒界に十分析出する。このため、本発明によれば、磁性結晶粒子の分断及び微細化のための添加物として、 TiO や Ti_2O_3 を使用することにより、磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成することなく微細化されたグラニューラ構造を形成することができる。

【0013】

また、 TiO 及び/または Ti_2O_3 に加えて、 TiO_2 をも含めた磁性層中のTi酸

化物の物質量の割合は、好ましくは5ないし15モル%、より好ましくは7ないし12モル%である。5モル%未満であるとR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15モル%を超えると磁性結晶粒子の結晶軸配向に悪影響を及ぼし、R/W特性における再生出力が低下する傾向があるので好ましくない。

なお、磁性層中のTiの酸化物の物質量の割合は、例えば透過型電子顕微鏡を用いたエネルギー分散型X線分光分析法(TEM-EDX)や、X線光電子分光法(XPS)、オージェ電子分光法(AES)等で分析することができる。

【0014】

また、磁性層中の、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は、好ましくは90モル%以下、より好ましくは40モル%ないし60モル%である。前述のように、TiOやTi₂O₃は成膜中に酸化される傾向にあるため、蒸着材料としてはTiOやTi₂O₃を添加しているにも関わらず磁性層の粒界領域には結果としてTiO₂成分も相当量存在することになる。このTiO₂成分が90モル%を超えると、TiO₂のみを添加した場合に比べてR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れないので好ましくない。

なお、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は、例えばXPSやX線吸収広域連続微細構造(EXAFS)、X線吸収端近傍微細構造(XANES)等によって分析することができる。

【0015】

磁性結晶粒子材料として用いるCoPtCr系合金は、高い結晶磁気異方性エネルギーを有しているため熱揺らぎ耐性が高く、本発明の磁気記録媒体に用いて好適である。これらの合金系に、磁気特性を改善する目的で、必要に応じてTaやCu、Bといった添加元素を加えることもできる。より好ましくは、CoCrPt、CoCrPtB、CoCrPtTa、CoCrPtNd、CoCrPtCu等があげられる。

【0016】

磁気記録層は、必要に応じて二層以上の多層構造にしてもよい。その場合、少なくとも一層が上記のような層であればよい。

【0017】

磁気記録層の下地層として用いるRu、Rh、Pt、Pd、Ti、Irは、上記CoCrPt合金との格子整合性が高いので、磁気記録層の結晶配向性を向上させることができる。

【0018】

上記下地層は、必要に応じて2以上の層の積層にすることができる。

【0019】

上記下地層に酸化物を添加してグラニューラ構造とすることで、磁気記録媒体のR/W特性をさらに向上させることができる。添加する酸化物は上記のようにSi、Cr、Tiの酸化物が好ましく、特にTiO及び/またはTi₂O₃を含有するTiの酸化物を用いるとR/W特性をさらに向上させることができる。

【0020】

下地層への上記酸化物の添加量は、好ましくは1ないし15モル%、より好ましくは3%ないし10%である。1モル%未満ではR/W特性におけるSNRの顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15モル%を超えると磁気記録層の配向性が低下しR/W特性におけるSNRが低下する傾向がみられるので好ましくない。

【0021】

下地層の、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は、90モル%以下であればR/W特性におけるSNR向上効果みられて好ましく、40モル%ないし60モル%であればSNR向上効果がさらに顕著であるためより好ましい。

【0022】

グラニューラ構造をもつ下地層は二層以上の多層でも良く、また、磁気記録層に直接接する層でなくても構わない。

【0023】

また、上記下地層と基板との間に、高透磁率な軟磁性層を設けることにより、軟磁性層上に垂直磁気記録層を有するいわゆる垂直二層媒体が構成される。この垂直二層媒体において、軟磁性層は、垂直磁気記録層を磁化するための磁気ヘッド例えば単磁極ヘッドからの記録磁界を、水平方向に通して、磁気ヘッド側へ還流させるという磁気ヘッドの機能の一部を担っており、磁界の記録層に急峻で十分な垂直磁界を印加させ、記録再生効率を向上させる役目を果たし得る。

【0024】

このような軟磁性層として、例えばCoZrNb、FeSiAl、FeTaC、CoTaC、NiFe、Fe、FeCoB、FeCoN、FeTaNがあげられる。

【0025】

また、軟磁性層と基板との間に、例えば面内硬磁性膜及び反強磁性膜等のバイアス付与層を設けることができる。軟磁性層は磁区を形成しやすく、この磁区からスパイク状のノイズが発生することから、バイアス付与層の半径方向の一方向に磁界を印加することにより、その上に形成された軟磁性層にバイアス磁界をかけて磁壁の発生を防ぐことができる。バイアス付与層を積層構造として異方性を細かく分散して大きな磁区を形成しにくくすることもできる。バイアス付与層材料としては、CoCrPt、CoCrPtB、CoCrPtTa、FePt、CoCrPtTaNd、CoSm、CoPt、CoPtO、CoPtCrO、CoPt-SiO₂、CoCrPt-SiO₂、CoCrPtO-SiO₂があげられる。

【0026】

基板には、ガラス基板、Al系の合金基板あるいは表面が酸化したSi単結晶基板、セラミックス、及びプラスチック等を使用することができる。さらに、それら非磁性基板表面にNiP合金などのメッキが施されている場合でも同様の効果が期待される。

【0027】

磁気記録層上には、保護層を設けることができる。保護層としては、例えばC、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)、SiN_x、SiO_x、CN_xがあげられる。

【0028】

スパッタリング法として、コンポジットターゲットを用いた単元のスパッタリング法及びそれぞれの物質のターゲットを用いた、多元同時スパッタリング法を用いることができる。また、Ar等のスパッタリングガス中に、必要に応じて酸素を添加しても良い。

【発明の効果】

【0029】

本発明の磁気記録媒体によれば、磁性結晶粒子の結晶性や配向性を乱すことなく、磁性結晶粒子の粒径を微細化することができ、良好なSNR特性を有し、高密度記録を実現することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0030】

以下、本発明の実施の形態を図面を参照して説明する。

【第1の実施形態】

図1には、第1の実施形態である磁気記録再生装置の一例を一部分解した斜視図を示し、図2には図1の磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク(磁気記録媒体)の一例の断面模式図を示し、図3には磁気ディスク(磁気記録媒体)の別の例の断面模式図を示し、図4には磁気ディスク(磁気記録媒体)の他の例の断面模式図を示す。

【0031】

図1に示すように、本実施形態の磁気記録再生装置60は、上面の開口した矩形箱状の筐体61と、複数のねじにより筐体61にねじ止めされる筐体の上端開口を閉塞する図示しないトップカバーを有している。

筐体61内には、本発明に係る磁気記録媒体からなる磁気ディスク62と、この磁気ディスク62を支持及び回転させる駆動手段としてのスピンドルモータ63と、磁気ディスク62に対して磁気信号の記録及び再生を行う磁気ヘッド64と、磁気ヘッド64を先端

に搭載したサスペンションを有し且つ磁気ヘッド64を磁気ディスク62に対して移動自在に支持するヘッドアクチュエータ65と、ヘッドアクチュエータ65を回転自在に支持する回転軸66と、回転軸66を介してヘッドアクチュエータ65を回転及び位置決めするボイスコイルモータ67と、ヘッドアンプ回路68とが収納されている。

【0032】

また、図2に示すように、磁気ディスク62（磁気記録媒体）は、基板11と、基板11上に積層された軟磁性層12と、軟磁性層12上に積層された第2下地層13（下地層）と、第2下地層13に積層された第1下地層14（下地層）と、第1下地層14に積層された磁気記録層15と、磁気記録層15に積層された保護層16とから構成されている。

【0033】

基板11は、ガラス基板、Al系の合金基板あるいは表面が酸化したSi単結晶基板、セラミックス、及びプラスチック等をから構成されている。また、基板11上にNiP合金などのメッキが施されていてもよい。

【0034】

軟磁性層12は、高透磁率を有するものが好ましく、例えばCoZrNb、FeSiAl、FeTaC、CoTaC、NiFe、Fe、FeCoB、FeCoN、FeTaN等の材料から構成されている。また軟磁性層12の厚みは、50～300nmの範囲が好ましい。

第2下地層13と基板11との間に軟磁性層12を設けることにより、軟磁性層12上に垂直磁気記録層を有するいわゆる垂直二層媒体が構成される。この軟磁性層12は、単磁極ヘッドからの記録磁界を水平方向に通して磁気ヘッド側へ還流させるという磁気ヘッドの機能の一部を担っている。

【0035】

第1下地層14及び第2下地層13は、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子を含むものである。第2下地層13と第1下地層14は、異なる材質とすることが好ましい。また、第1下地層14の厚みは3～20nmの範囲が好ましく、第2下地層13の厚みは3～20nmの範囲が好ましい。

【0036】

また、図3に示すように、第2下地層13と軟磁性層12との間に、第3下地層23を設けても良い。更に図4に示すように、第2下地層13と軟磁性層12との間に、第3下地層23及び第4の下地層33を設けても良い。

【0037】

また、磁気記録層15は、磁性結晶粒子と、この磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを具備して構成されている。また磁気記録層15の厚みは3～20nmの範囲とされている。

磁性結晶粒子は、主成分としてCoを含有するとともにPt及びCrを含有し、かつ磁化容易軸が前記基板に対し垂直に配向されてなるものである。この磁性結晶粒子を構成するCoPtCr系合金は、高い結晶磁気異方性エネルギーを有しているため熱揺らぎ耐性が高く、本発明の磁気記録媒体に用いて好適である。これらの合金系に、磁気特性を改善する目的で、必要に応じてTaやCu、Bといった添加元素を加えることもできる。より好ましくは、CoCrPt、CoCrPtB、CoCrPtTa、CoCrPtNd、CoCrPtCu等があげられる。

【0038】

また、粒界領域は、TiO及び/またはTi₂O₃が少なくとも含有され、更にTiO₂が含まれる。磁気記録層15中におけるこれらのTiの酸化物の物質量の割合は、5モル%以上15モル%以下の範囲に設定されている。また、Tiの酸化物中のTiO₂成分の割合は90モル%以下に設定されている。

【0039】

TiO及び/またはTi₂O₃といった酸化数の小さい酸化物を、粒界領域成分として

用いることで、 TiO や Ti_2O_3 よりも熱安定性に優れた TiO_2 が粒界に形成される。この効果により、 TiO や Ti_2O_3 が磁性結晶粒界に高速で拡散する。これにより、粒界領域が磁性結晶粒子と過飽和固溶体を形成することがなく、微細化されたグラニューラ構造を形成することができる。

【0040】

また、 Ti 酸化物の物質量の割合が5モル%未満であると R/W 特性における SNR の顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15モル%を超えると磁性結晶粒子の結晶軸配向に悪影響を及ぼし、 R/W 特性における再生出力が低下する傾向があるので好ましくない。

さらに、 Ti の酸化物中の TiO_2 成分の割合が90モル%を超えると、 TiO_2 のみを添加した場合に比べて R/W 特性における SNR の顕著な向上効果が現れないので好ましくない。

【0041】

なお、磁性層中の Ti の酸化物の物質量の割合は、例えば透過型電子顕微鏡を用いたエネルギー分散型X線分光分析法(TEM-EDX)や、X線光電子分光法(XPS)、オージェ電子分光法(AES)等で分析することができる。また、 TiO_2 成分の割合は、例えばXPSやX線吸収広域連続微細構造(EXAFS)、X線吸収端近傍微細構造(XANES)等によって分析することができる。

【0042】

保護層16は、例えばC、ダイヤモンドライクカーボン(DLC)、 SiN_x 、 SiO_x 、 CN_x 等から構成されている。この保護層16により、磁気記録層15を機械的に保護することができる。

【0043】

また、本実施形態の磁気ディスクを製造するにあたって、磁気記録層15等の各層を形成するには、スパッタリング法を用いることが好ましい。特に、コンポジットターゲットを用いた単元のスパッタリング法を用いることができ、また、それぞれの物質のターゲットを用いた多元同時スパッタリング法を用いることもできる。また、Ar等のスパッタリングガス中に、必要に応じて酸素を添加しても良い。

【0044】

[第2の実施形態]

図5には、本発明の第2の実施形態である磁気ディスク72(磁気記録媒体)の断面模式図を示す。

本実施形態の磁気ディスク72(磁気記録媒体)は、基板11と、基板11上に積層された軟磁性層12と、軟磁性層12上に積層された第2下地層(下地層)13と、第2下地層13に積層された第1下地層24(下地層)と、第1下地層24に積層された磁気記録層15と、磁気記録層15に積層された保護層16とから構成されている。

【0045】

本実施形態と第1の実施形態の相違点は、第1下地層24がグラニューラ構造からなる点である。従って上記の各構成要素のうち、基板11、軟磁性層12、第2下地層13、磁気記録層15及び保護層16は、第1の実施形態で説明した同一符号の構成要素と同じものである。よってこれらの構成要素の説明は省略する。

【0046】

本実施形態の磁気ディスク72(磁気記録媒体)を構成する第1下地層24は、Ru、Rh、Pt、Pdの内より選択される少なくとも一種の元素を主成分とする非磁性結晶粒子と、この非磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域から構成されている。粒界領域は、Si、Cr、Tiの内より選択される少なくとも一種の元素の酸化物を含んで構成されている。

【0047】

このように、下地層に酸化物を添加してグラニューラ構造とすることで、磁気記録媒体の R/W 特性をさらに向上させることができる。添加する酸化物は上記のようにSi、Cr、Tiの酸化物が好ましく、特に TiO 及び/または Ti_2O_3 を含有するTiの酸化物

を用いると R/W特性をさらに向上させることができる。

【0048】

第1下地層 24 への上記酸化物の添加量は、好ましくは 1 ないし 15 モル%、より好ましくは 3 % ないし 10 % である。1 モル%未満では R/W特性における SNR の顕著な向上効果が現れない傾向があるので好ましくなく、15 モル%を超えると磁気記録層の配向性が低下し R/W特性における SNR が低下する傾向がみられるので好ましくない。

また、Ti の酸化物中の TiO_2 成分の割合は、90 モル%以下であれば R/W特性における SNR 向上効果みられて好ましく、40 モル%ないし 60 モル%であれば SNR 向上効果がさらに顕著であるためより好ましい。

【実施例】

【0049】

以下、実施例を示し、本発明をより具体的に説明する。

(実施例 1)

2. 5 インチハードディスク形状の非磁性ガラス基板を用意した。

次に、スパッタリング装置の真空チャンバ内を 2×10^{-5} Pa 以下に排気した後、0.67 Pa の Ar 雰囲気とし、 $Co_{84}Zr_6Nb_{10}$ ターゲットを使用して、厚さ 200 nm の $Co_{84}Zr_6Nb_{10}$ からなる軟磁性層を積層した。次に、Ta ターゲットを使用して厚さ 8 nm の Ta 層からなる第2下地層を形成した。その後、3 Pa の Ar 雰囲気中で、Ru ターゲットを使用して厚さ 15 nm の Ru 層からなる第1下地層を積層した。

【0050】

次に、磁性結晶粒子材料として、Co10 at%と Cr14 at%とを含有する CoCrPt 合金粉末と、TiO 粉末とを混合したコンポジットターゲットを用い、厚さ 13 nm の磁気記録層を形成した。その後、0.67 Pa の Ar 雰囲気中で、厚さ 5 nm の C (炭素) からなる保護層を積層した。保護層を成膜した後、保護層表面にディップ法によりパーフルオロポリエーテル (PFPE) 潤滑剤を 13 Å (1.3 nm) の厚さに塗布し、図2に示すような磁気記録媒体を得た。

【0051】

各ターゲットへの投入電力は 1000 W とした。また、磁気記録層の組成は、CoCrPt 合金と TiO とのモル比を $(1-x):x$ とし、x を 0 から 0.2 の範囲で変化させた。組成は、コンポジットターゲット作製時の CoCrPt 合金粉末と TiO 粉末の混合比を変化させることで制御した。また、比較として、TiO の代わりに SiO_2 、 TiO_2 を用いたものも作製した。この他、磁気記録層の成膜時のスパッタリングガス (Ar) 中に、酸素を添加することによって、磁性膜中の $(TiO+Ti_2O_3):TiO_2$ 成分比を変化させたものも作製した。

【0052】

得られた磁気記録媒体について、スピンスタンドを用いて R/W特性を評価した。磁気ヘッドとして、記録トラック幅 0.3 μm の単磁極ヘッドと、再生トラック幅 0.2 μm の MRヘッドを組み合わせたものを用いた。測定条件は、半径位置 20 mm と一定の位置で、ディスクを 4200 rpm で回転させて行った。

媒体 SNR として微分回路を通した後の微分波形の信号ノイズ比 (SNRm) (但し、S は線記録密度 119 kfc i の出力、Nm は 716 kfc i での rms (root mean square) 値) の値を、また、記録分解能の指標として、微分波形の半値幅 dPW50 を評価した。

磁気記録層中の各酸化物の組成は、加速電圧 400 kV の TEM-EDX を用いて分析した。また、磁気記録層中の TiO 、 Ti_2O_3 、 TiO_2 の比は、XPS によって得られたそれぞれの相に対応するエネルギーの位置にあるピークの積分強度を比較することで同定した。

下記表 1 に、 $x = 0.08$ で各添加材料を添加した場合の SNRm 値及び dPW50 値を示す。

【0053】

【表1】

添加材料	SNRm (dB)	dPW50 (nm)
SiO ₂	17.1	90
TiO ₂	16.5	87
TiO	18.0	74

【0054】

表1に示すように、SNRm値及びdPW50値は、TiOを添加した場合の方が、SiO₂ またはTiO₂ 単体を添加した場合と比較して勝っていることが分かった。

また、図6に、TiO添加の場合について、添加量xとSNRm値の関係を表すグラフを示す。添加量が5モル%から15モル%の場合、SNRmが向上して、好ましいことが分かった。

また、図7に、添加材料がTiOの場合について、添加量xが0.08の場合について、(TiO+Ti₂O₃+TiO₂):TiO₂の比を(1-y):yとして、yとSNRm値の関係を示す。yが0.9以下の場合、SNRmが向上して、好ましいことが分かった。

更に、添加材料がTiOの場合について、x=0.08、y=0.6のものについてTEMを用いて磁気記録層部分の微細構造を観察した。その結果、磁性結晶粒子部分と結晶粒界部分が明確に観察され、磁性結晶粒子を母材が取り囲むグラニューラ構造が形成されていることが分かった。

【0055】

次に、添加材料がTiOで、x=0.08、y=0.6の場合について、第2下地層のRuを、Rh、Pt、Pd、あるいはIrに各々置き換えたこと以外は上記と同様にして、下記表2に示す種々の下地層の組合せを有する磁気記録媒体を作製し、評価した。各下地層を用いた場合のSNRm値を表2に示す。

【0056】

【表2】

第2の下地層 8nm	第1の下地層 15nm	SNRm (dB)
Ta	Ru	18.7
Ta	Rh	18.5
Ta	Pt	18.5
Ta	Pd	18.6
Ta	Ir	18.0

【0057】

表2から明らかなように、いずれの下地層を用いた場合も良好なSNRm値が得られ、好ましいことが分かった。

【0058】

次に、第2の下地層と軟磁層の間に、第3の下地層を設け、下地層を3層構造にし、下記表3に示す種々の下地層の組合せを有する図3に示すような磁気記録媒体を作成し、評価した。添加材料がTiOの場合について、添加量x=0.08、y=0.6の場合についてのSNRm値を表3に示す。

【0059】

【表 3】

第 3 の下地層 8nm	第 2 の下地層 5nm	第 1 の下地層 15nm	S N R m (d B)
T a	P t	R u	19.1
T a	P d	R u	18.8
T a	I r	R u	19.0
T a	P t	R h	18.7
T a	P d	R h	18.8
T a	I r	R h	18.6

【0060】

表 3 から明らかなように、いずれの下地層を用いた場合も良好な S N R m 値が得られ、好ましいことが分かった。

【0061】

(実施例 2)

まず、2.5 インチハードディスク形状の非磁性ガラス基板を用意した。

次に、スパッタリング装置の真空チャンバ内を 2×10^{-5} Pa 以下に排気した後、0.67 Pa の Ar 雰囲気とし、実施例 1 と同様にして、厚さ 200 nm の $\text{Co}_{84}\text{Zr}_6\text{Nb}_{10}$ なる組成の軟磁性層、厚さ 8 nm の Ta 層からなる第 2 下地層を形成した。

次に、真空チャンバ内を 3 Pa の Ar 雰囲気とし、 SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO 、 TiO_2 のうちのいずれかと、Ru とを混合したコンポジットターゲットを使用し、厚さ 15 nm の第 1 下地層を積層した。

【0062】

次に、Co 10 at % と Cr 14 at % とを含有する CoCrPt 合金粉末に、8 モル % の TiO 粉末を混合して得たコンポジットターゲットを用い、厚さ 13 nm の磁気記録層を形成した。その後、真空チャンバ内を 0.67 Pa の Ar 雰囲気とし、厚さ 5 nm の C からなる保護層を積層した。保護層の成膜後、保護層表面にディップ法により PFPE 潤滑剤を 13 Å (1.3 nm) の厚さに塗布し、磁気記録媒体を得た。

【0063】

各ターゲットへの投入電力は 1000 W とした。第 1 下地層の組成は、Ru と各酸化物のモル比を $(1-a) : a$ とし、a を 0 から 0.2 の範囲で変化させた。また、第 1 下地層中の Ti 酸化物中の TiO_2 成分の割合を、 $(\text{TiO} + \text{Ti}_2\text{O}_3 + \text{TiO}_2) : \text{TiO}_2 = (1-b) : b$ とし、実施例 1 の磁気記録層中の TiO_2 成分の割合と同様の方法で b を変化させた。

作製した磁気記録媒体について、実施例 1 と同様の方法で各特性を評価した。a = 0.09 の場合について、各酸化物を用いた場合の S N R m 値及び dPW50 値を下記表 4 に示す。

【0064】

【表 4】

第 2 の下地層 8nm	第 1 の下地層 15nm	S N R m (d B)	d P W 5 0 (n m)
T a	R u	18.7	72
T a	R u - SiO_2	19.5	72
T a	R u - Cr_2O_3	19.3	72
T a	R u - TiO_2	19.2	73
T a	R u - TiO	19.8	70

【0065】

表 4 に示すように、第 1 下地層が Ru 単体の場合と比較すると、 SiO_2 、 Cr_2O_3

、 TiO_2 、 TiO のいずれかを添加した場合に、 SNR_m が勝っていることが分かった。

図8に、第1下地層への添加材料が TiO の場合について、添加量 a と SNR_m 値の関係を示す。添加量 a が0.01から0.2の範囲の場合、 SNR_m が向上して、さらに好ましいことが分かった。第1下地層への添加材料を SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO_2 とした場合においても同様の傾向が見られた。

また、図9に、第1下地層への添加材料が TiO の場合について、 $a=0.09$ の場合の、 TiO_2 成分の割合 b と SNR_m の関係を示す。 b が0.9以下の場合、 SNR_m が向上して、好ましいことが分かった。

【0066】

次に、第1下地層への添加材料が TiO の場合について、第1下地層の Ru の代わりに、 Rh 、 Pt 、 Pd 、あるいは Ir を使用すること以外は上記と同様にして、表5に示す種々の下地層の組合せを有する磁気記録媒体を作成し、評価した。添加量 $a=0.09$ の場合についての SNR_m 値を表5に示す。

【0067】

【表5】

第2の下地層 8nm	第1の下地層 15nm	SNR_m (dB)
Ta	$Ru-TiO$	19.8
Ta	$Rh-TiO$	19.6
Ta	$Pt-TiO$	19.3
Ta	$Pd-TiO$	19.3
Ta	$Ir-TiO$	19.1

【0068】

表5に示すように、いずれの下地層を用いた場合も良好な SNR_m 値が得られ、好ましいことが分かった。同様の傾向は、第1下地層への添加材料として SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO_2 を使用した場合においても見られた。

【0069】

次に、第2下地層と軟磁層の間に第3下地層を設け、下地層を3層構造とし、表6に示す種々の下地層の組合せを有する磁気記録媒体を作成し、評価した。第1下地層への添加材料が TiO の場合について、添加量 $a=0.09$ の場合についての SNR_m 値を表6に示す。

【0070】

【表6】

第3の下地層 8nm	第2の下地層 5nm	第1の下地層 15nm	SNR_m (dB)
Ta	Pt	$Ru-TiO$	20.1
Ta	Pd	$Ru-TiO$	20.1
Ta	Ir	$Ru-TiO$	19.9
Ta	Pt	$Rh-TiO$	19.9
Ta	Pd	$Rh-TiO$	19.9
Ta	Ir	$Rh-TiO$	19.7

【0071】

表6に示すように、いずれの下地層を用いた場合も良好な SNR_m 値が得られ、好ましいことが分かった。同様の傾向は、第1下地層への添加材料として SiO_2 、 Cr_2O_3 、 TiO_2 を使用した場合においても見られた。

【0072】

さらに、第3下地層と軟磁層の間に第4下地層を設け、下地層を4層構造とし、図4に示すような磁気記録媒体を作製し、評価した。下地層の組合せは、下記表7に示す通りとした。表7には、第1下地層への添加材料がTiOの場合について($a=0.09$)のSNRm値を示す。

【0073】

【表7】

第4の下地層 8nm	第3の下地層 5nm	第2の下地層 15nm	第1の下地層 3nm	SNRm (dB)
Ta	Pt	Ru	Ru-TiO	21.0
Ta	Pd	Ru	Ru-TiO	21.0
Ta	Ir	Ru	Ru-TiO	20.8
Ta	Pt	Rh	Ru-TiO	20.5
Ta	Pd	Rh	Ru-TiO	20.5
Ta	Ir	Rh	Ru-TiO	20.3
Ta	Pt	Ru	Rh-TiO	20.8
Ta	Pd	Ru	Rh-TiO	20.8
Ta	Ir	Ru	Rh-TiO	20.7
Ta	Pt	Rh	Rh-TiO	20.4
Ta	Pd	Rh	Rh-TiO	20.3
Ta	Ir	Rh	Rh-TiO	20.3

【0074】

表7に示すように、いずれの下地層を用いた場合も良好なSNRm値が得られ、好ましいことが分かった。同様の傾向は、第1の下地層への添加材料としてSiO₂、Cr₂O₃、TiO₂を使用した場合においても見られた。

【図面の簡単な説明】

【0075】

【図1】図1は、本発明の第1の実施形態である磁気記録再生装置の一例を一部分解した斜視図。

【図2】図2は、図1に示す磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク（磁気記録媒体）の一例の構成を示す断面模式図。

【図3】図3は、図1に示す磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク（磁気記録媒体）の別の例の構成を示す断面模式図。

【図4】図4は、図1に示す磁気記録再生装置に備えられた磁気ディスク（磁気記録媒体）の他の例の構成を示す断面模式図。

【図5】図5は、本発明の第2の実施形態である磁気ディスク（磁気記録媒体）の構成を示す断面模式図。

【図6】図6は、実施例1のTiO添加量とSNRm値の関係を示すグラフ。

【図7】図7は、実施例1のTi酸化物中の、TiO₂成分の割合とSNRm値の関係を示すグラフ。

【図8】図8は、実施例2のTiO添加量とSNRm値の関係を示すグラフ。

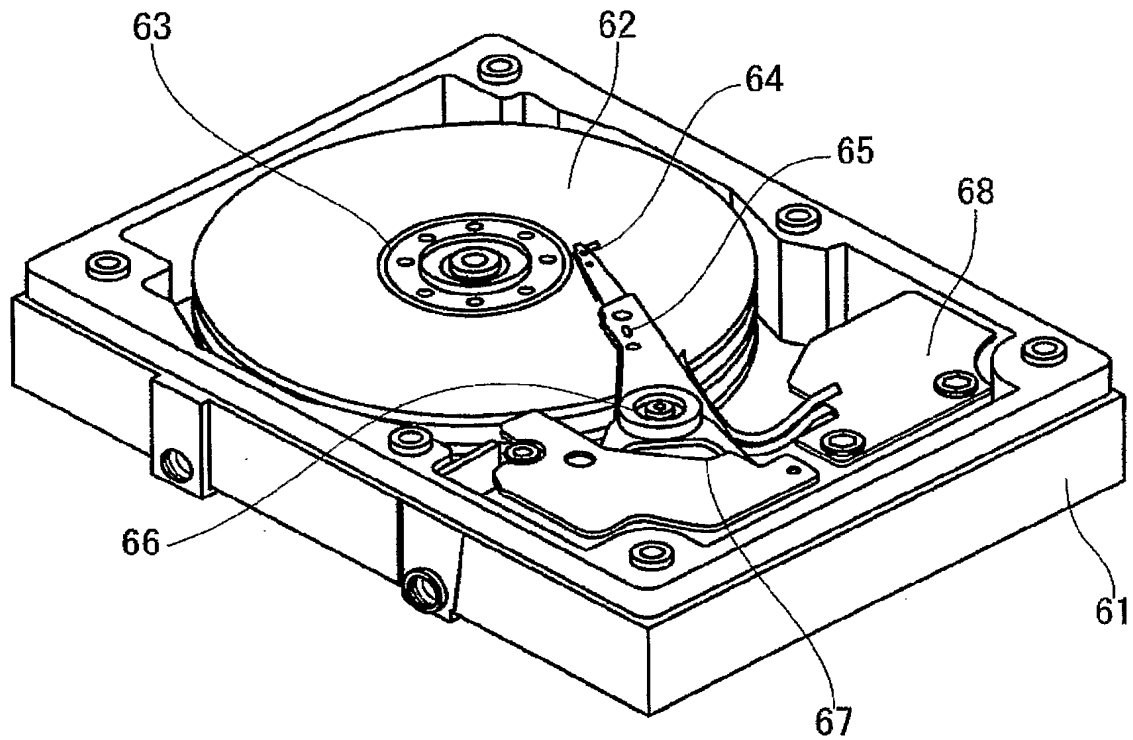
【図9】図9は、実施例2のTi酸化物中の、TiO₂成分の割合とSNRm値の関係を示すグラフ。

【符号の説明】

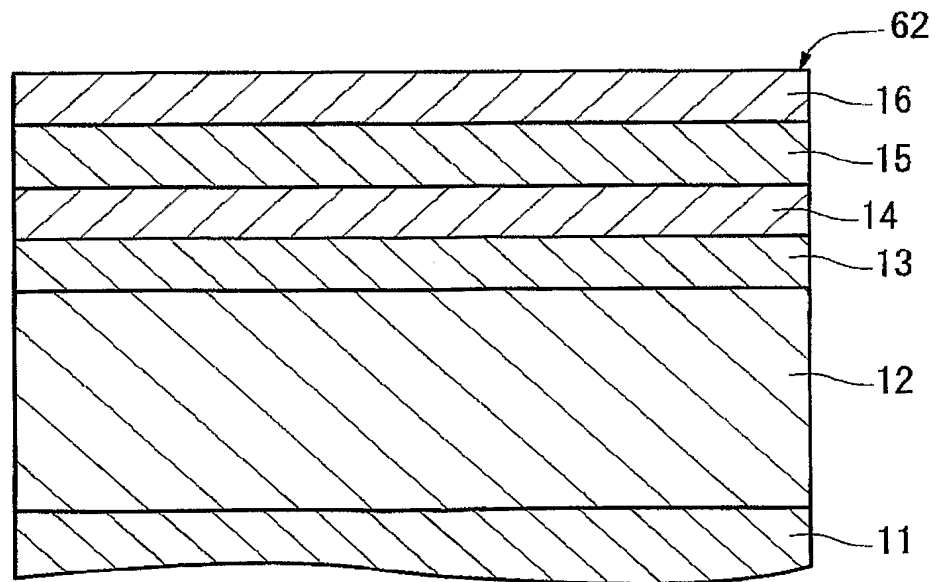
【0076】

11…基板、12…軟磁性層、13…第2下地層（下地層）、14…第1下地層（下地層）、15…磁気記録層、16…保護層、23…第3下地層（下地層）、33…第4下地層（下地層）、61…筐体、62…磁気ディスク（磁気記録媒体）、63…スピンドルモータ、64…磁気ヘッド、65…ヘッドアクチュエータ、66…回転軸、67…ボイスコイルモータ、68…ヘッドアンプ回路

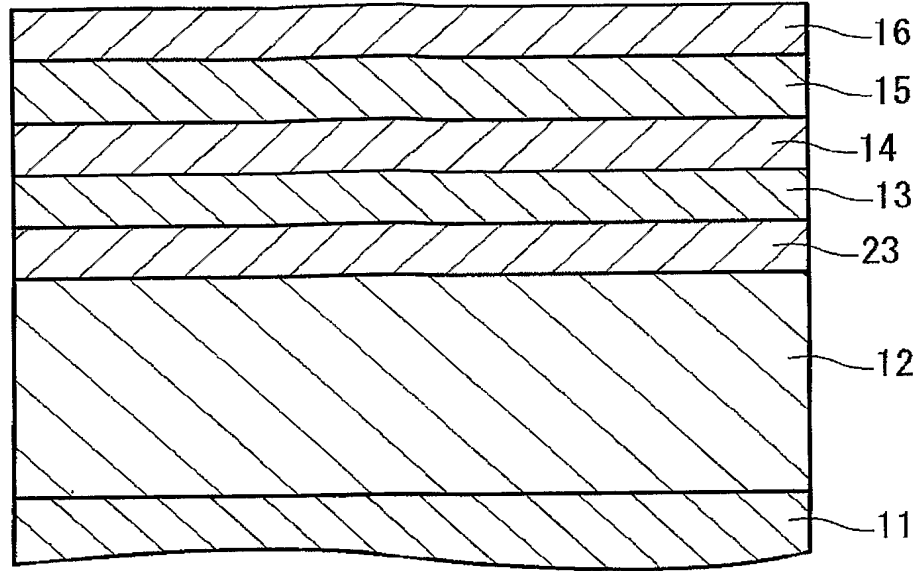
【書類名】 図面
【図 1】



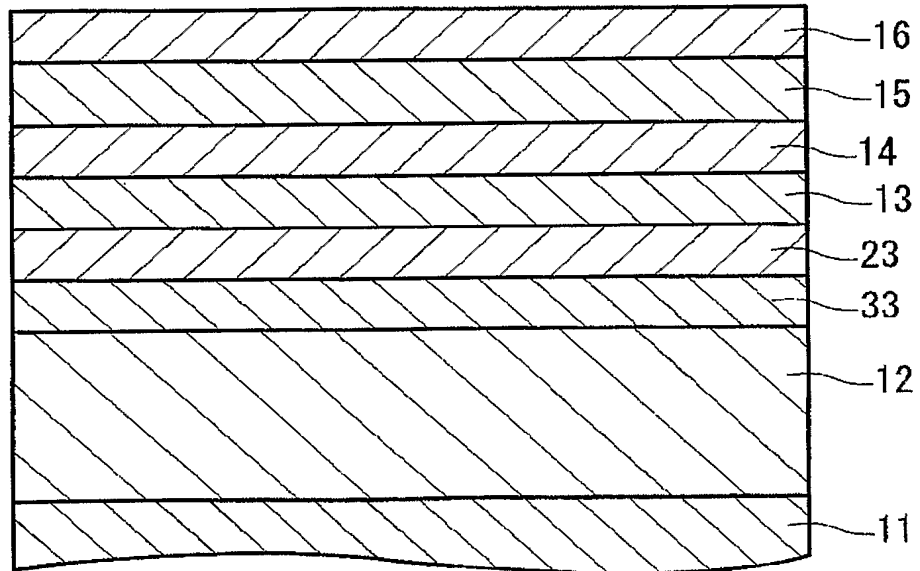
【図 2】



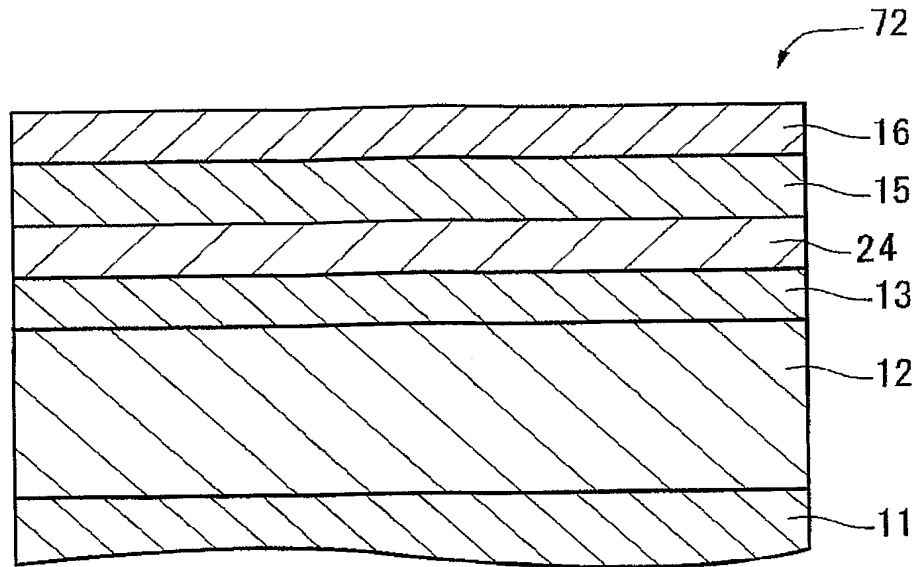
【図 3】



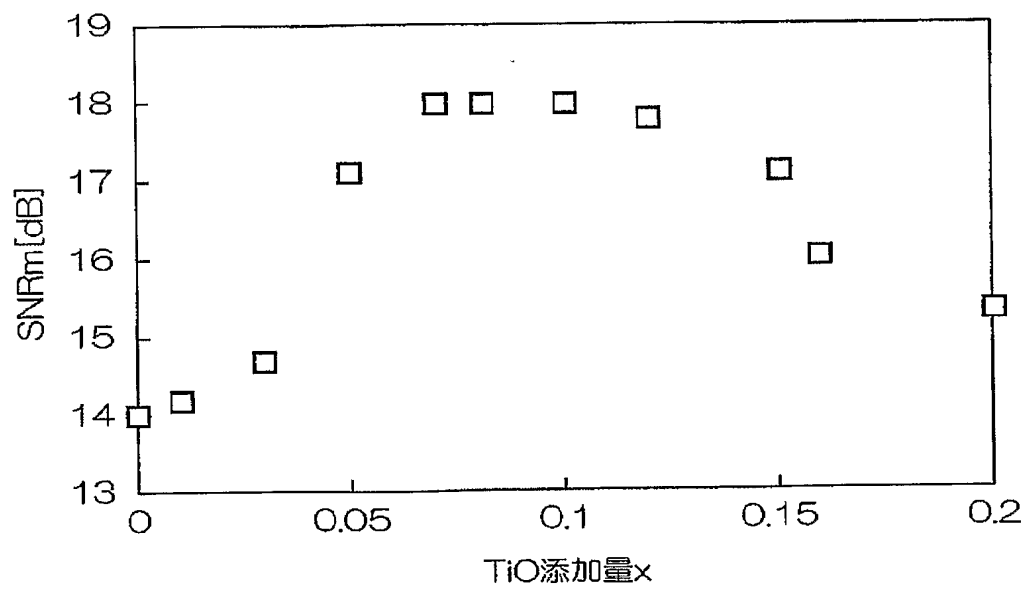
【図 4】



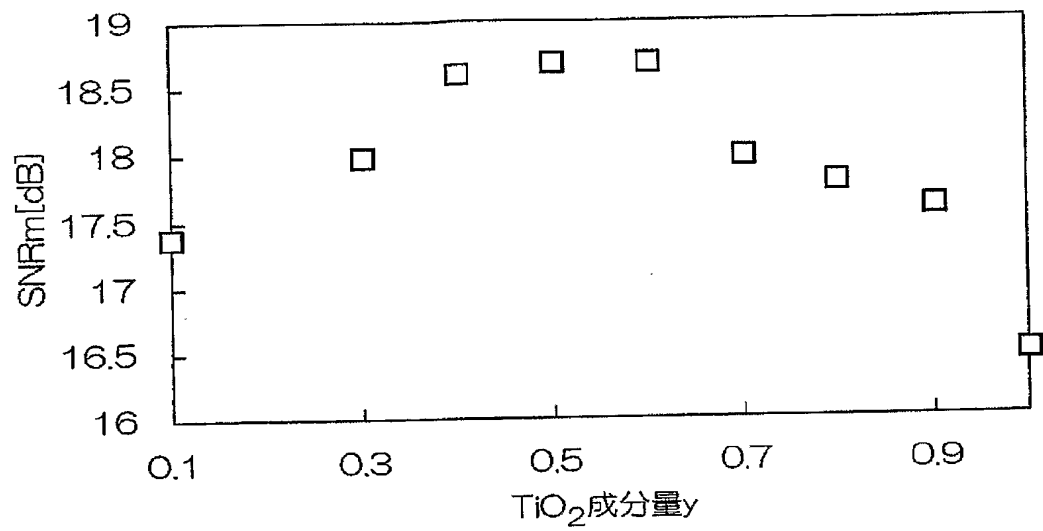
【図 5】



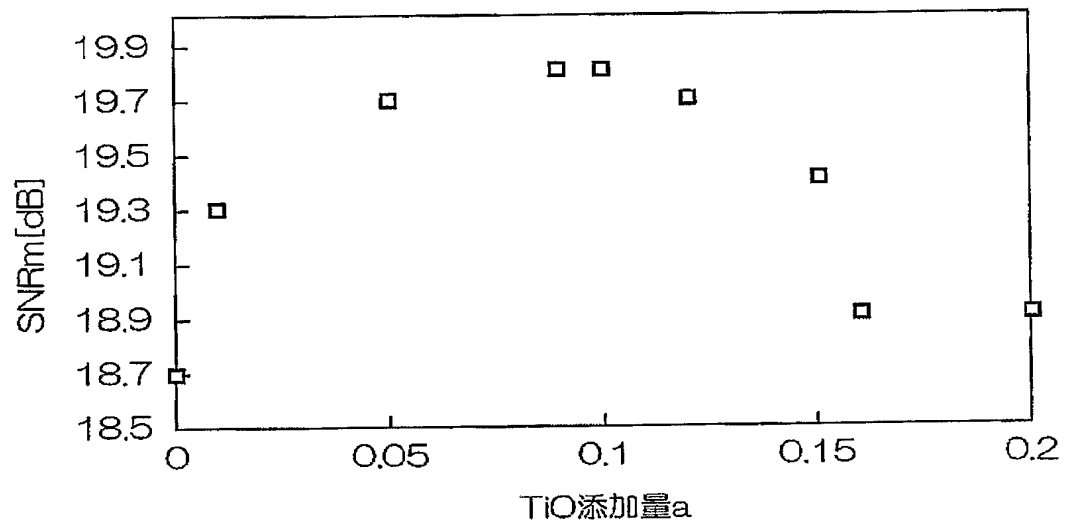
【図 6】



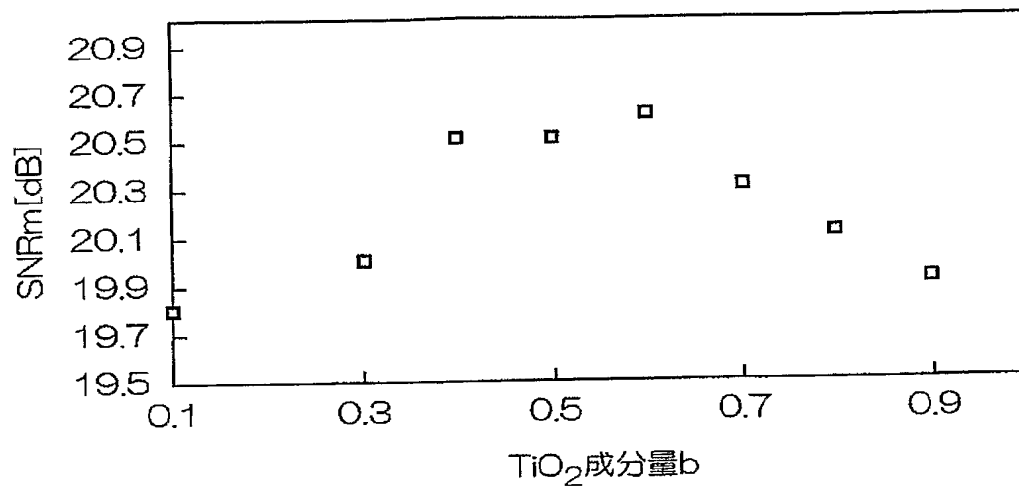
【図 7】



【図 8】



【図 9】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 磁性結晶粒子の結晶性や配向性を乱すことなく、磁性結晶粒子の粒径を微細化せしめ、良好な S N R 特性を有し、高密度記録が可能な磁気記録媒体及びこれを用いた磁気記録装置を提供する。

【解決手段】 基板 1 1 と、基板 1 1 上に形成された下地層 1 3、1 4 と、磁性結晶粒子と該磁性結晶粒子を取り囲む粒界領域とを有する磁気記録層 1 5 とを具備してなり、前記粒界領域は、T i の酸化物を含み、磁気記録層 1 5 中の該 T i の酸化物の物質量の割合が 5 モル % 以上 1 5 モル % 以下であり、かつ前記 T i の酸化物として T i O 及び/または T i ₂ O₃ が少なくとも含有されてなることを特徴とする磁気記録媒体 6 2 を採用する。

【選択図】 図 2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2003-434826
受付番号	50302152023
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0097
作成日	平成16年 1月 5日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】	000003078
【住所又は居所】	東京都港区芝浦一丁目1番1号
【氏名又は名称】	株式会社東芝

【特許出願人】

【識別番号】	000002004
【住所又は居所】	東京都港区芝大門1丁目13番9号
【氏名又は名称】	昭和電工株式会社

【代理人】

【識別番号】	申請人
【住所又は居所】	100064908
【氏名又は名称】	東京都中央区八重洲2丁目3番1号 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	志賀 正武

【選任した代理人】

【識別番号】	100108578
【住所又は居所】	東京都中央区八重洲2丁目3番1号 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	高橋 詔男

【選任した代理人】

【識別番号】	100089037
【住所又は居所】	東京都中央区八重洲2丁目3番1号 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	渡邊 隆

【選任した代理人】

【識別番号】	100101465
【住所又は居所】	東京都中央区八重洲2丁目3番1号 志賀国際特許事務所
【氏名又は名称】	青山 正和

【選任した代理人】

【識別番号】 100094400

【住所又は居所】 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特
許事務所

【氏名又は名称】 鈴木 三義

【選任した代理人】

【識別番号】 100107836

【住所又は居所】 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特
許事務所

【氏名又は名称】 西 和哉

【選任した代理人】

【識別番号】 100108453

【住所又は居所】 東京都中央区八重洲 2 丁目 3 番 1 号 志賀国際特
許事務所

【氏名又は名称】 村山 靖彦

特願 2 0 0 3 - 4 3 4 8 2 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 3 0 7 8]

1. 変更年月日	2 0 0 1 年 7 月 2 日
[変更理由]	住所変更
住 所	東京都港区芝浦一丁目 1 番 1 号
氏 名	株式会社東芝

特願 2 0 0 3 - 4 3 4 8 2 6

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 2 0 0 4]

1. 変更年月日	1 9 9 0 年 8 月 2 7 日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都港区芝大門 1 丁目 1 3 番 9 号
氏 名	昭和電工株式会社